

**Strukturelle, magnetische und  
gitterdynamische  
Grenzflächeneigenschaften von  
epitaktischen Eisenfilmen auf InAs(001)-  
und GaAs(001)-Substraten**

Von der Fakultät für Physik der  
Universität Duisburg-Essen  
(Standort Duisburg)

zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)  
genehmigte Dissertation

von

**Robert Peters**

aus

**Kevelaer**

Referent: Prof. Dr. Werner Keune

Korreferent: Prof. Dr. Axel Lorke

Tag der mündlichen Prüfung: 14. Juli 2009



## Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Struktur, Magnetismus und Grenzflächeneigenschaften von Ferromagnet-Halbleiter-Hybridstrukturen untersucht. Das Hauptziel dieser Arbeit war es, Information über die physikalischen Eigenschaften an der Grenzfläche zwischen einem ferromagnetischen Metall und einem III-V-Halbleiter (HL) zu erhalten. Dazu wurden Fe-Filme als ferromagnetische Kontakte auf InAs(001)- bzw. GaAs(001)-Substrate im Ultrahochvakuum (UHV) aufgebracht und untersucht. Beide Systeme sind als Modellsysteme im Hinblick auf die elektrische Spininjektion von einem ferromagnetischen Metall in den Halbleiter interessant. Damit Spininjektion stattfinden kann, muss sich bekanntlich an der Fe/HL-Grenzfläche eine Schottky-Barriere ausbilden. Das Filmwachstum und die Filmstruktur wurde in-situ im UHV mit Elektronenbeugung (RHEED) und ex-situ mit Röntgenbeugung untersucht. Zur Bestimmung der magnetischen Eigenschaften wurde die  $^{57}\text{Fe}$ -Konversionselektronen-Mössbauerspektroskopie (CEMS) in Verbindung mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichttechnik bei verschiedenen Temperaturen eingesetzt. Ferner wurde an einer  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht mittels kernresonanter inelastischer Röntgenstreuung (NRIXS) die partielle Fe-Phononenzustandsdichte (PDOS) an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche ermittelt.

In der Arbeit wird über die erfolgreiche Herstellung und Untersuchung epitaktischer Fe(001)-Filme auf InAs(001) mit in der Filmebene liegender Spinrichtung berichtet. Von besonderem Interesse für potentielle Anwendungen waren auch nanoskalierte Fe/Tb-Vielfachschichten als Kontakte auf InAs(001) mit einer Fe-Spintextur senkrecht zur Filmebene. Es wird gezeigt, dass der erste Eisenfilm direkt an der Grenzfläche zwar epitaktisch auf InAs(001) aufwächst, aber im Anfangsstadium des Wachstums eine stark gestörte Struktur besitzt, sei es aufgrund der relativ großen Gitterfehlانpassung oder durch As-Diffusion aus dem Substrat in den Eisenfilm. Der hier beobachtete nicht monotone Verlauf der planaren Gitterkonstanten des Fe mit zunehmender Schichtdicke konnte mit Inselbildung und Perkolation korreliert werden, wie sie mittels Raster-Tunnelmikroskopie (STM) in der Literatur gefunden wurde. Die CEM-Spektren bei Raumtemperatur ergaben relativ hohe Werte von  $\langle B_{hf} \rangle \sim 27$  T für das mittlere magnetische Hyperfeinfeld bzw. von  $B_{hf, peak} \sim 30$  T für das wahrscheinlichste magnetische Hyperfeinfeld an der Grenzfläche. Dies weist auf relativ hohe mittlere Fe-Momente von  $\sim 1.8 \mu_B$  hin. Weiterhin zeigt dies, dass keine „magnetisch tote Schicht“ an der Grenzfläche vorliegt. Das ermittelte hohe magnetische Fe-Moment an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche ist eine günstige Voraussetzung für die Spininjektion. Die partielle Fe-Phononenzustandsdichte (PDOS) an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche zeigt eine deutliche Veränderung im Vergleich zu massivem bcc-Fe. Sie ähnelt der PDOS von stark ungeordneten oder amorphen Legierungen. Dies macht sich durch eine Verschiebung der Phononen-Zustände hin zu niedrigeren Energien und eine deutliche Unterdrückung des hochenergetischen longitudinalen Phononen-Peaks bei ca. 36 meV bemerkbar, wobei die obere Abschneideenergie erhalten bleibt. Dieses Weichwerden der Phononen an der Grenzfläche sollte sich in erhöhtem elektronischen Rauschen in zukünftigen Bauelementen widerspiegeln.

An den Fe/Tb-Vielfachschichten auf InAs(001) wurde mittels Magnetometrie und  $^{57}\text{Fe}$ -CEMS eine stark temperaturabhängige Richtung der Magnetisierung beobachtet: Je tiefer die Temperatur, desto größer ist die Magnetisierungskomponente senkrecht zur Filmoberfläche. Dies konnte auch an Fe/Tb-Vielfachschichten auf p-InAs(001) nachgewiesen werden. Ferner wird gezeigt, dass solche Fe/Tb-Vielfachschichten mit senkrechter Spintextur auf p-InAs(001) als potentielle elektrische Kontakte für Spininjektion in Remanenz (im Nullfeld) in Frage kommen, da bei tiefer Temperatur Strom-Spannungs-Kennlinien mit typischer Diodencharakteristik gemessen wurden, was auf eine Schottky-Barriere hinweist. An diesen Proben konnte bei tiefer Temperatur Elektrolumineszenz im Infrarotbereich bei ca.  $3 \mu\text{m}$  beobachtet werden. Somit bietet sich prinzipiell die Möglichkeit, die elektrische Spininjektion in diesen Proben in Remanenz optisch nachzuweisen. In vorläufigen Untersuchungen dazu konnte allerdings an den hier untersuchten Proben keine zirkulare Polarisation des Elektrolumineszenzlichtes beobachtet werden, wie man es bei Rekombination von Löchern mit spinpolarisierten Elektronen erwarten würde. Mögliche Gründe dafür werden diskutiert.

Auf GaAs(001) wurden ultradünne Fe-Filme mit einer Bedeckung von 2.5 Monolagen aufgedampft, deren Inseln noch nicht perkoliert waren, und in-situ im UHV mit  $^{57}\text{Fe}$ -CEMS auf ihre magnetischen Eigenschaften hin untersucht. Temperaturabhängige CEM-Spektren weisen auf superparamagnetisches Verhalten dieser unbedeckten Fe-Inseln hin mit einer Blocking-Temperatur von  $T_B \sim 165$  K. Unterhalb von  $T_B$  existiert ein linearer Zusammenhang zwischen Temperatur und mittlerem magnetischem Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$ . Damit konnte gezeigt werden, dass es an „freien“ (unbedeckten) Fe-Inseln auf GaAs(001) im UHV einen Übergang vom Superparamagnetismus zum eingefrorenen Ferromagnetismus gibt. Darüber hinaus wurde der Einfluss unterschiedlicher Deckschichten (Pt, Au) auf die magnetischen Eigenschaften der Fe-Inseln untersucht.





## Abstract

In this thesis the structure, magnetism and interface properties of ferromagnet-semiconductor hybrid structures were investigated. The main goal of this thesis was to obtain information on physical properties at the interface between a ferromagnetic metal and a III-V semiconductor (SC). For this purpose Fe films that serve as ferromagnetic contacts were deposited in ultrahigh vacuum (UHV) on InAs(001) and GaAs(001) substrates, respectively, and investigated. Both systems are interesting model systems with respect to electrical spin injection from a ferromagnetic metal into a semiconductor. In order for spin injection to occur, it is known that a Schottky barrier must form at the Fe/SC interface. Film growth and film structure were investigated in-situ in UHV by electron diffraction (RHEED) and ex-situ by X-ray diffraction. For determining the magnetic properties  $^{57}\text{Fe}$  conversion electron Mössbauer spectroscopy (CEMS) combined with  $^{57}\text{Fe}$  probe-layer technique was employed at different temperatures. Further, the partial Fe phonon density of states (PDOS) at the Fe/InAs(001) interface was determined by nuclear resonant inelastic X-ray scattering (NRIXS) from an  $^{57}\text{Fe}$  probe-layer.

The successful preparation and investigation of epitaxial Fe(001) films on InAs(001) with in-plane spin direction is reported. In view of potential applications, also nanoscale Fe/Tb multilayer contacts on InAs(001) with an Fe spin texture perpendicular to the film plane were of interest. It is demonstrated that the first Fe film directly at the interface grows epitaxially on InAs(001); however, in the initial stage of growth it has a strongly disturbed structure, either due to the relatively large lattice misfit or due to As diffusion from the substrate into the Fe film. The observed non-monotonic behavior of the in-plane Fe lattice parameter with increasing film thickness could be correlated with island formation and percolation, as obtained by scanning tunneling microscopy (STM) and reported in the literature. The CEM spectra (at room temperature) provided relatively high values of the average hyperfine magnetic field of  $\langle B_{hf} \rangle \sim 27$  T and of the most-probable hyperfine magnetic field of  $B_{hf, peak} \sim 30$  T. This provides evidence for relatively high average Fe magnetic moments of  $\sim 1.8 \mu_B$ . Further, this result demonstrates that no „magnetic dead layer“ exists at the interface. The resulting high Fe magnetic moment at the Fe/InAs(001) interface is a favorable prerequisite for spin injection. The partial Fe phonon density of states (PDOS) at the Fe/InAs(001) interface is remarkably modified as compared to that of bulk bcc Fe. It resembles the PDOS of strongly disordered or amorphous alloys. This is revealed by a shift of the phonon states toward lower energies and a significant suppression of the high-energy longitudinal phonon peak at about 36 meV, whereby the cut-off energy remains unchanged. This phonon softening at the interface should be reflected in enhanced electronic noise in future devices.

Using magnetometry and  $^{57}\text{Fe}$  CEMS, a strong temperature dependent magnetization directions was observed for Fe/Tb multilayers on InAs(001): the lower the temperature, the larger is the magnetization component perpendicular to the film surface. This could be detected also for Fe/Tb multilayers on p-InAs(001). Furthermore it is shown that such Fe/Tb multilayers on p-InAs(001) with perpendicular spin texture are useful as potential electrical contacts for spin injection at remanence (in zero field), because current-voltage behavior with typical diode characteristics was measured at low temperatures, providing evidence for a Schottky barrier. With these samples at low temperature, electroluminescence in the infrared region at about  $3 \mu\text{m}$  was observed. In principle, this offers the possibility for optical detection of electrical spin injection with these samples at remanence. However, in preliminary experiments on these samples no circular polarization of the electroluminescent light could be observed, as one would expect from recombination of holes with spin-polarized electrons. The reasons are discussed.

Ultrathin Fe films of 2.5 monolayers coverage with a non-percolated island morphology were deposited on GaAs(001) and investigated in-situ in UHV by  $^{57}\text{Fe}$  CEMS with respect to their magnetic properties. Temperature dependent CEM spectra provide evidence for superparamagnetic behavior of these uncapped Fe islands, with a blocking temperature of  $T_B \sim 165$  K. Below  $T_B$ , a linear relationship between temperature and average hyperfine magnetic field  $\langle B_{hf} \rangle$  exists. These results demonstrate that there is a transition from superparamagnetism to frozen ferromagnetism in „free“ (uncapped) Fe islands on GaAs(001). Moreover, the influence of different cap layers (Pt, Au) on the magnetic properties of the Fe islands was studied.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Methodische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Einleitung . . . . .	5
2.2	Molekularstrahlepitaxie und Wachstumsmoden . . . . .	5
2.3	Das UHV-System . . . . .	8
2.4	Oberflächen-Analysemethoden . . . . .	10
2.4.1	Augerelektronenspektroskopie (AES) . . . . .	10
2.4.2	Elektronenbeugung (RHEED, LEED) . . . . .	12
2.5	Strukturuntersuchungen: Röntgendiffraktometrie (XRD) . . . . .	21
2.6	Magnetische Untersuchungsmethoden . . . . .	23
2.6.1	$^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerspektroskopie . . . . .	23
2.6.2	SQUID-Magnetometrie . . . . .	33
2.7	$^{57}\text{Fe}$ -Phononenspektroskopie . . . . .	34
<b>3</b>	<b>Fe/InAs(001)</b>	<b>41</b>
3.1	Einleitung . . . . .	41
3.2	Wachstum und strukturelle Eigenschaften: AES, RHEED, LEED . . . . .	42
3.3	Magnetische Eigenschaften . . . . .	50
3.3.1	Korrelation von Gitterverzerrung und uniaxialer magnetischer Anisotropie . . . . .	50
3.3.2	Verhalten von unterschiedlich dicken $^{57}\text{Fe}$ -Filmen auf InAs(001) . . . . .	51
3.3.3	Abstandsabhängigkeit des Grenzflächeneinflusses . . . . .	56
3.3.4	Einfluss der Fe-Wachstumstemperatur und Alterungseffekte . . . . .	59
3.4	Gitterdynamische Eigenschaften der Fe / InAs(001)-Grenzfläche . . . . .	63
3.5	Zusammenfassung . . . . .	74

<b>4</b>	<b>(Fe/Tb)-Vielfachschichten auf p-InAs(001)</b>	<b>77</b>
4.1	Einleitung . . . . .	77
4.2	Wachstum und strukturelle Eigenschaften von Tb/Fe/p-InAs(001) . .	79
4.3	Magnetische Eigenschaften . . . . .	84
4.3.1	Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschicht . . . . .	84
4.3.2	Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschicht mit partieller Isolator- schicht . . . . .	91
4.3.3	Fe(4.0 nm)/Tb(2.6 nm)-Vielfachschicht mit partieller Isolator- schicht . . . . .	97
4.4	Prozessierung der Kontakte sowie elektrische und optische Eigen- schaften . . . . .	106
4.4.1	Elektrische Eigenschaften . . . . .	107
4.4.2	Optische Eigenschaften: Elektrolumineszenz . . . . .	111
4.5	Zusammenfassung . . . . .	121
<b>5</b>	<b>Fe/GaAs(001)</b>	<b>123</b>
5.1	Einleitung . . . . .	123
5.2	Wachstum und strukturelle Eigenschaften . . . . .	125
5.3	Magnetische Eigenschaften unbedeckter Fe-Nanocluster im UHV . . .	128
5.4	Einfluss einer Pt- oder Au-Deckschicht . . . . .	136
5.4.1	Substrat Präparation . . . . .	136
5.4.2	In-situ- und Ex-situ-CEMS-Messung . . . . .	138
5.4.3	Einfluss des externen Magnetfeldes . . . . .	145
5.5	Zusammenfassung . . . . .	152
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>155</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Heutzutage sind die magnetischen, strukturellen und elektronischen Eigenschaften von metallischen Ferromagnet (FM)/Halbleiter (SC)-Heterostrukturen von großem Interesse, da diese Systeme möglicherweise als zukünftige spinelektronische Bauelemente von Bedeutung sind [1]. In diesem Zusammenhang ist das Verständnis und die Kontrolle der Spininjektion, der Spindetektion und des spinabhängigen Transports in metallischen FM/SC-Hybridstrukturen von grundlegender Bedeutung [2]. Es wurde sogar vorhergesagt, dass aus metallischen FM-Kontakten ein höherer Spininjektionsgrad zu erreichen ist als aus Halbmetallen [3]. Eine wichtige Voraussetzung für effiziente Spininjektion sind saubere und gut geordnete Grenzflächen in den FM-Metall/SC-Heterostrukturen. In dieser Arbeit werden Heterostrukturen von Fe auf InAs(001), Fe/Tb-Vielfachschichten auf p-InAs(001) und ultradünne Fe-Filmen auf GaAs(001) untersucht. Ein wichtiger Unterschied zwischen InAs(001) und GaAs(001) ist, dass bei InAs(001) die Spin-Bahn-Kopplung und somit der Rashba-Effekt größer ist als bei GaAs(001). Diese Eigenschaft macht InAs zu einem interessanten Halbleiter. Der Schwerpunkt der Arbeit lag auf dem Studium von Wachstum, Struktur und magnetische Eigenschaften der Fe-Filme und insbesondere deren Grenzflächen. An einigen der Systeme wurden auch die elektrischen Eigenschaften und die Elektrolumineszenz untersucht. Es sollten Antworten auf folgende Fragen gefunden werden:

- Wie groß ist das magnetische Hyperfeinfeld  $B_{hf}$  bzw. das magnetische Fe-Moment  $\mu$  an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche?
- Bis zu welcher Tiefe macht sich der Einfluss der Grenzfläche im Fe-Film bemerkbar?
- Ist es möglich, Fe-Schichten mit spontan senkrechter Magnetisierung an der Grenzfläche herzustellen, und wie ist ihre Temperaturabhängigkeit?

- Wie sieht das Fe-Phononenspektrum an der Grenzfläche Fe/InAs(001) im Vergleich zum massivem bcc-Fe aus?
- Gelingt es, Fe-Schichten auf p-InAs(001) mit Diodencharakteristik herzustellen und daraus Elektrolumineszenzlicht zu emittieren?
- Lässt sich im Elektrolumineszenzlicht zirkulare Polarisierung, die auf elektrische Spininjektion hinweisen würde, an Fe/Tb-kontaktiertem p-InAs(001) in Remanenz nachweisen?
- Verhalten sich noch nicht perkolierte unbedeckte Fe-Inseln eines ultradünnen Fe-Films auf GaAs(001) superparamagnetisch oder paramagnetisch? Bisher ist diese Frage in der Literatur noch nicht geklärt.
- Welchen Einfluss üben metallische Deckschichten auf die Eigenschaften ultradünner Fe-Schichten aus?

Die vorliegende Arbeit ist folgendermaßen gegliedert:

In Kapitel 2 wird zunächst auf wichtige Grundlagen der verwendeten Untersuchungs-Methoden eingegangen. Auf eine ausführliche Beschreibung wird dabei aber verzichtet, da diese in verschiedenen Lehrbüchern nachgelesen werden können.

In Kapitel 3 wird neben den Eigenschaften des Fe-Films (Wachstum und Struktur) besonders die Eigenschaft der Grenzfläche zwischen dem FM (hier Fe) und dem SC (hier InAs(001)) beschrieben. Der Grenzfläche kommt ja nach Zwierzycki et al. [4] eine besondere Rolle bei der Spininjektion von Fe in InAs(001) zu, wie unter anderem schon von Ohno et al. [5] berichtet wurde. In meiner Arbeit wurden die magnetischen Eigenschaften dieser vergrabenen Grenzfläche mit Konversionselektronen-Mössbauerspektroskopie (CEMS) in Kombination mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichtmethode untersucht. Eine Kombination der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichttechnik mit kernresonanter inelastischer Röntgenstreuung (NRIXS) ergab Aufschluss über die gitterdynamischen Eigenschaften (Fe-Phononenzustandsdichte) an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche.

In der Literatur [6] erfolgt der optische Nachweis der elektrischen Spininjektion in den Halbleiter in der sog. Faraday-Geometrie, bei der die Richtung der Magnetisierung des injizierenden FM-Kontaktes und die Beobachtungsrichtung des zirkular polarisierten Elektrolumineszenz-Lichtes zueinander parallel und senkrecht zur Filmebene liegen. Dabei muss die senkrechte Fe-Magnetisierung durch ein starkes externes Magnetfeld senkrecht zur Filmebene erzwungen werden. Bei einem spontan senkrecht magnetisiertem FM-Film könnte man das starke externe Feld vermeiden

und die Spininjektion sogar in Remanenz messen [7]. Ein möglicher Kandidat für senkrechte Magnetisierung ist eine Fe/Tb-Vielfachschicht auf InAs(001), wobei die magnetischen Eigenschaften dieser Vielfachschichten auf anderen Substraten aus Veröffentlichungen [8, 9] bekannt sind. Hier musste zunächst das Wachstum der Fe/Tb-Vielfachschicht auf p-InAs(001) untersucht werden. Dies ist am Anfang des Kapitels 4 beschrieben. Später werden dann die magnetischen Eigenschaften ermittelt und auch die Prozessierung der Fe/Tb-Vielfachschicht zu lateral strukturierten Kontakten auf p-InAs(001) beschrieben. Ferner werden erste Ergebnisse zu den elektrischen und optischen Eigenschaften (Elektrolumineszenz) vorgestellt (Kapitel 4).

In Kapitel 5 wird das magnetische Verhalten von ultradünnen Fe-Filmen im Anfangsstadium des Filmwachstums auf dem Halbleiter GaAs(001) beschrieben. Fe/GaAs(001) ist das erste System, an dem elektrische Spininjektion nachgewiesen wurde [6, 7, 10]. Im Anfangsstadium besteht der Fe-Film aus Nano-Inseln, die noch nicht perkoliert sind. Über deren Eigenschaften gibt es in der Literatur widersprüchliche Aussagen [11]; insbesondere ist die Frage, ob Superparamagnetismus oder Paramagnetismus/Diamagnetismus dieser Fe-Cluster vorliegt, ungeklärt. Die in Kapitel 5 beschriebenen in-situ  $^{57}\text{Fe}$ -CEMS-Untersuchungen im UHV an unbedeckten ultradünnen Fe-Filmen hatten das Ziel, diese Frage zu klären. Außerdem wird der Einfluss unterschiedlicher Deckschichten auf die magnetischen Eigenschaften beschrieben.





# Kapitel 2

## Methodische Grundlagen

### 2.1 Einleitung

Dieses Kapitel behandelt die physikalischen Grundlagen der in der Arbeit verwendeten Untersuchungsmethoden und der Proben-Herstellungsmethoden. Dabei wird ein kurzer Überblick über die verschiedenen Verfahren gegeben. Zunächst wird die Molekularstrahlepitaxie und die verschiedenen möglichen Wachstumsmoden eines Films beschrieben. Danach wird die Ultrahochvakuumanlage erläutert, in der die Proben hergestellt wurden. Dabei wird auch auf die Probenherstellung genau eingegangen. Während der Probenpräparation wurde das Film-Wachstum in-situ mit verschiedenen Untersuchungsmethoden, wie Augerelektronenspektroskopie (AES) und Elektronenbeugung (LEED, RHEED) charakterisiert. Nach ihrer Herstellung wurden die Proben ex-situ weiter untersucht, und zwar mit Röntgenbeugung (XRD), kernresonanter inelastischer Röntgenstreuung (NRIXS), Mössbauerspektroskopie und mit SQUID-Magnetometrie.

### 2.2 Molekularstrahlepitaxie und Wachstumsmoden

Ein wichtiger Aspekt ist die Herstellung von strukturell möglichst wohldefinierten und reinen dünnen epitaktischen Schichten. Dafür ist die Molekularstrahlepitaxie (engl.: **M**olecular **B**eam **E**pitaxy, MBE) ein geeignetes Mittel. Sie kann zur Herstellung von vielen verschiedene Materialien benutzt werden, z.B. für metallische Materialien, Verbindungshalbleiter aber auch für einige Oxide. Dabei wird das Material solange aufgeheizt bis es anfängt zu verdampfen. Durch das thermische Verdampfen entsteht ein Dampfstrahl des Materials. Wird nun ein beliebiges Substrat in den Dampfstrahl gebracht, so scheidet sich das gewünschte Material als dünner

Film auf diesem Substrat ab. Dies ist ein relativ langsamer Prozess, und deshalb ist ein sehr gutes Vakuum erforderlich, damit die Schichten nicht durch Restgaseinflüsse kontaminiert werden. Ein Vorteil der MBE ist es, dass die Oberfläche während des Aufwachsens mit verschiedenen experimentellen Techniken (z.B. Elektronenbeugung) gut zu beobachten ist. Um das Material soweit aufzuheizen bis es verdampft, gibt es mehrere Möglichkeiten. Hier sind zum einen Knudsenzellen und zum anderen Elektronenstrahlverdampfer benutzt worden. Bei einer Knudsenzelle befindet sich das Material in einem Tiegel (z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), der durch externe Stromzufuhr solange erhitzt wird, bis das in dem Tiegel befindliche Material verdampft. Dabei ist dafür zu sorgen, dass die Temperatur nicht so hoch wird, damit der Tiegel selbst nicht zu schmelzen oder gar zu verdampfen beginnt. Beim Elektronenstrahlverdampfer werden Elektronen auf das zu verdampfende Material beschleunigt, das sich dadurch so lange erwärmt bis es verdampft. Der Vorteil der Elektronenstrahlverdampfer liegt darin, dass höhere Temperaturen erreicht werden können als mit einer Knudsenzelle, allerdings ist der Aufbau und die Handhabung in der Regel komplizierter. Des weiteren ist die Füllmenge des Materials in der Regel geringer als bei einer Knudsenzelle, so dass das Material häufiger nachgefüllt werden muss.

Beim Abscheiden eines Materials mit MBE kann es zu verschiedenen Arten des Wachstums auf dem Substrat kommen. Die Frage, in welcher Form ein Element auf einem Substrat aufwächst, hängt von verschiedenen Faktoren ab. Zum einen sind die strukturellen Eigenschaften des Substrats und des aufzudampfenden Materials entscheidend. Besonders die Gitterstruktur und damit die Gitterkonstanten der Materialien haben einen Einfluss. Allgemein gilt, je kleiner der Gitterfehlpass der Materialien

$$f = \frac{a_{\text{Sub}} - a_F}{a_{\text{Sub}}} \quad (2.1)$$

ist, desto besser ist das epitaktische Wachstum. Dabei ist  $a_{\text{Sub}}$  die Gitterkonstante des Substrats und  $a_F$  die Gitterkonstante des Films. Zum anderen wird die Art des Filmwachstums von thermodynamischen und kinematischen Bedingungen bestimmt. Als erster beschrieb Bauer 1958 die Wachstumsmoden eines Materials A auf ein Substrat B in Abhängigkeit von den verschiedenen Anteilen der Oberflächenenergien. Je nachdem, welchen Wert der Ausdruck

$$\Delta\gamma = \gamma_F + \gamma^* - \gamma_S \quad (2.2)$$

annimmt, werden die verschiedenen Arten des Filmwachstums erhalten. Dabei ist  $\gamma_F$  die Oberflächenenergie des Films,  $\gamma^*$  die Oberflächenenergie der Grenzschrift und  $\gamma_S$  die Oberflächenenergie des Substrats.

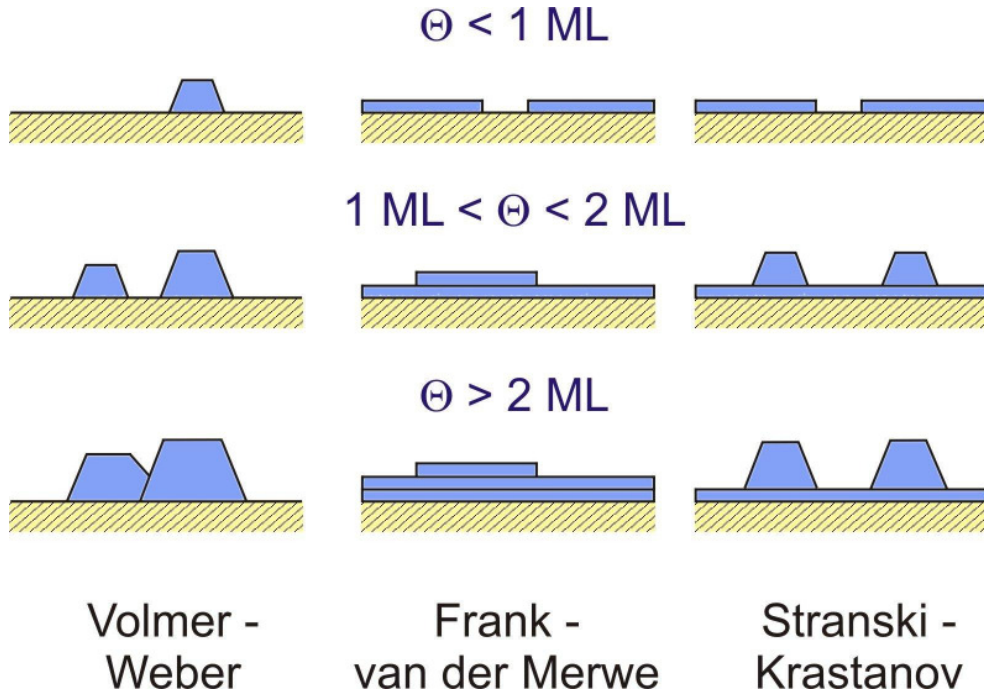


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der theoretisch auftretenden Wachstumsmoden für unterschiedlich große Bedeckungen  $\Theta$ .

In Abbildung 2.1 sind schematisch die drei vorkommenden Wachstumsmoden für verschiedene Bedeckungen  $\Theta$  in Monolagen (ML) gezeigt, welche bei unterschiedlichen Oberflächenenergien auftreten können. Oben ist eine Bedeckung kleiner als 1 ML ( $\Theta < 1 \text{ ML}$ ), in der Mitte ist eine Bedeckung zwischen 1 und 2 ML ( $1 < \Theta < 2 \text{ ML}$ ) und unten ist eine Bedeckung größer als 2 ML ( $\Theta > 2 \text{ ML}$ ) gezeigt. Der erste Fall, bei dem die Oberflächenenergie des Films größer ist als die Oberflächenenergie der Grenzschicht und des Substrats ( $\gamma_F > \gamma_S + \gamma^*$ ), wird als Volmer-Weber-Wachstum (Inselwachstum) bezeichnet. Im zweiten Fall ist die Oberflächenenergie des Substrats größer als die Oberflächenenergie der Grenzschicht und des Films ( $\gamma_S > \gamma^* + \gamma_F$ ). Dann entsteht ein lagenweise aufgewachsener Film und das Wachstum wird Frank-van-der-Merwe-Wachstum genannt. Im dritten Fall wird vom Stranski-Krastanov-Wachstum gesprochen. Dort ist am Anfang die Oberflächenenergie des Substrats größer und der Film wächst lagenweise auf. Jedoch wird die effektive Grenzschichtenergie  $\gamma^*$  mit zunehmender Schichtdicke immer größer, z.B. durch Verspannungen in der Schicht, und es kommt zum anschließenden Inselwachstum  $\Delta\gamma := \gamma_S - \gamma_F \cong 0$ .

Diese Beschreibung beachtet nicht alle Vorgänge, die bei einer realen Probenpräparation auftreten können. So wird zum Beispiel nicht beachtet, dass es zu Dif-

fusion oder zu chemischen Reaktionen zwischen Film und Substrat kommen kann. Des weiteren kann es noch zusätzlich zu verschiedenen kinematischen Effekten, die stark temperaturabhängig sind, kommen. Diese haben alle ihre eigenen Längen- und Zeitskalen auf denen sie sich abspielen. Für eine genauere Betrachtung dieser Effekte sei auf [12] verwiesen.

## 2.3 Das UHV-System

Das für die Herstellung der Proben benutzte Ultrahochvakuum (UHV) - System besitzt einen Basisdruck von  $\leq 1.4 \cdot 10^{-10}$  mbar und besteht aus zwei mittels eines Ventils verbundenen Vakuumkammern. Die Erste ist eine Aufdampf-Analyse-Kammer (Hauptkammer) und die andere ist eine Schleusenkammer. Über die Schleusenkammer werden die Proben in die Hauptkammer transferiert, ohne dass das Ultrahochvakuum dort zerstört wird. Beide Kammern verfügen über einen Manipulator um die Probe zu bewegen. Die Hauptkammer besitzt zusätzlich noch einen Wobbelstick, mit dem die Probe von einem Manipulator auf den anderen umgesetzt werden kann. Eine Seitenansicht der Hauptkammer ist in Abb. 2.2 gezeigt. Zum Abpumpen der Hauptkammer steht eine Titansublimationspumpe (TSP) sowie eine UHV-Öldiffusionspumpe mit einer Flüssig-Stickstoff-Kühlfalle zur Verfügung. Der Druck in der Hauptkammer wird mit einem Ionisationsmanometer gemessen. Die Schleusenkammer wird mit einer Turbomolekularpumpe, die wie die Öldiffusionspumpe mit einer Drehschieberpumpe als Vorpumpe betrieben wird, evakuiert.

Für das Säubern der Oberflächen des Substrats ist es gegebenenfalls nötig, die Substrate zu heizen und/oder mit  $\text{Ar}^+$ -Ionen zu sputtern. Das Heizen der Substrate geschieht durch einen mit Strom beheizbaren Manipulator, der die Wärme über den Probenhalter an die Probe abgibt, und ein zusätzlich in der UHV-Kammer angebrachtes Strahlungsschild, das auch aktiv beheizt werden kann. Zur Bestimmung der Temperatur stehen am Manipulator zwei und am Strahlungsschild ein Thermoelement zur Verfügung. Es handelt sich um „K-type“ (NiCr-Ni) Thermoelemente mit einer Referenztemperatur von 20 °C. Beim  $\text{Ar}^+$ -Sputtern werden ionisierte  $\text{Ar}^+$ -Ionen auf die Oberfläche der Probe beschleunigt. Dazu wird über ein Nadelventil Ar-Gas in die Hauptkammer geleitet, das dann mit Hilfe einer Sputterkanone ionisiert wird und anschließend von der auf Erd- bzw. auf negatives Potenzial liegenden Probe angezogen wird.

Zur Herstellung der dünnen Filme oder Vielfachschichten ist die Hauptkammer mit vier Knudsenzellen und einem Elektronenstrahlverdampfer ausgestattet. Aus

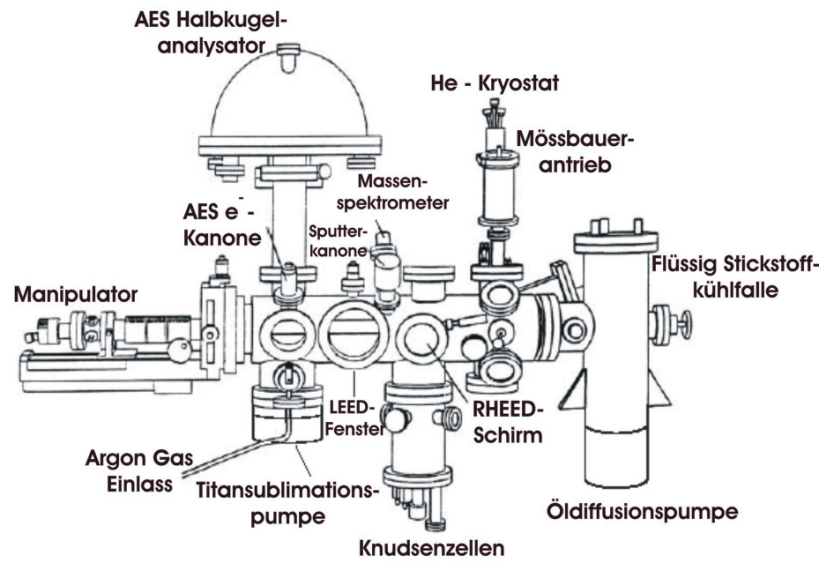


Abbildung 2.2: Seitenansicht der verwendeten UHV-Kammer, entnommen aus [13].

den Knudsenzellen wurden folgende Metalle verdampft: Natürliches Eisen  $^{nat}\text{Fe}$  (Fe mit der natürlichen Isotopenzusammensetzung, darin 2.2 %  $^{57}\text{Fe}$ ) mit der Reinheit 99.9985 at.%,  $^{57}\text{Fe}$  (zu 95.5 % angereichert) mit der Reinheit 99.95 at.% (laut Hersteller, Fa. Chemotrade Düsseldorf),  $^{56}\text{Fe}$  (auf 0.2 % an  $^{57}\text{Fe}$  verarmt) mit der Reinheit 99.94 at.% (laut Hersteller), Cr mit der Reinheit 99.999 at.%, Tb mit der Reinheit 99.99 at.%, Ag mit der Reinheit 99.999 at.% und Au mit der Reinheit 99.9 at.%. Alle Knudsenzellen enthalten Aluminiumoxid-Tiegel mit Ausnahme der Tb-Knudsenzelle, die einen Molybdän-Tiegel besitzt. Außerdem ist es möglich, in dieser Anlage mit dem Elektronenstrahlverdampfer Pt oder MgO zu verdampfen. Dazu wurde das Material auf ein wassergekühltes Kupferblech gelegt, welches dann mit Elektronen beschossen wurde, bis das Material verdampfte. Die Reinheit des verdampften Pt ist mit 99.99 at.% angegeben, und zum Verdampfen von MgO wurden kleine Stücke eines gekauften MgO-Wafers verwendet. Beim Verdampfen von  $^{nat}\text{Fe}$ ,  $^{57}\text{Fe}$ ,  $^{56}\text{Fe}$  und Tb beträgt der Druck  $\leq 6.1 \cdot 10^{-10}$  mbar, beim Verdampfen von Ag, Cr und Au verschlechterte sich der Druck auf  $\leq 9.1 \cdot 10^{-10}$  mbar, und beim Verdampfen von MgO und Pt ging der Druck bis auf  $\leq 9.8 \cdot 10^{-8}$  mbar hoch. Generell wurden Aufdampfraten von 0.02 - 0.03 Å/s verwendet, wobei höhere Raten bis zu 0.15 Å/s auch leicht erreicht werden können.

Um die Substrattemperatur während des Aufdampfens variieren zu können ist es möglich, den Manipulator zu heizen oder aber auch über eine Flüssig-Stickstoff-Kühlung abzukühlen, so dass die Temperatur des Substrates beim Aufdampfen von

ca.  $-135\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis ca.  $+900\text{ }^{\circ}\text{C}$  variiert werden kann.

Als Analysegeräte für die aufgedampften Schichten stehen in der Hauptkammer die Augerelektronenspektroskopie (AES), Elektronenbeugung sowohl mit niederenergetischen Elektronen (LEED) als auch mit hochenergetischen Elektronen (RHEED) und ein Mössbauerantrieb mit einem Channeltron-Elektronendetektor zur Verfügung.

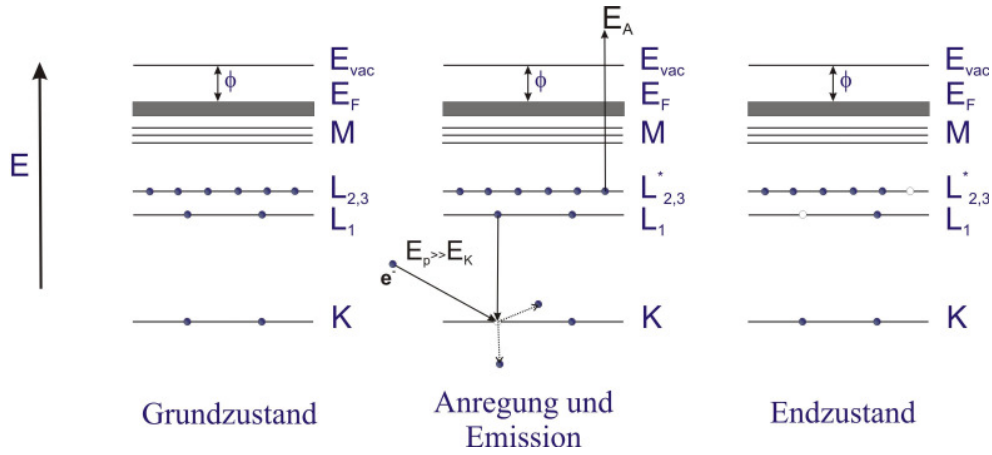
## 2.4 Oberflächen-Analysemethoden

### 2.4.1 Augerelektronenspektroskopie (AES)

Die Augerelektronenspektroskopie (AES) ist ein Analyseverfahren, um die chemische Zusammensetzung von Festkörperoberflächen nahezu zerstörungsfrei zu bestimmen. Die AES beruht auf dem von Pierre Auger 1925 entdeckten und nach ihm benannten Effekt. Beim Augereffekt werden Sekundärelektronen mit charakteristischen Energien aus ionisierten Atomen ausgelöst. Dabei wird den Sekundärelektronen in einem inneren und strahlungsfreien Prozess die Energie übertragen, die bei einem anderen Elektronenübergang frei wurden. Für das in einer inneren Schale ionisierte Atom gibt es zwei Möglichkeiten, aus dem angeregten Zustand in den Grundzustand zu gelangen: Zum einen über den Auger-Prozess und zum anderen über die Emission eines charakteristischen Röntgenquanten.

Beim Augerelektronenprozess sind i.a. drei Energieniveaus  $XYZ$  beteiligt. Nach Ionisation der  $X$ -Schale (z.B. durch Elektronenbeschuss) wird die bei dem darauffolgenden Elektronenübergang von der  $Y$ - in die  $X$ -Schale frei werdende Energie strahlungslos an ein weiteres Elektron in der  $Z$ -Schale abgegeben. Dieses Elektron kann nun mit einer charakteristischen Energie den Atomverband verlassen. Nach der Augeremission ergibt sich ein zweifach ionisierter Endzustand. In Abb. 2.3 ist der Augerübergang eines  $KL_1L_{2,3}$ -Prozesses dargestellt.

Die kinetische Energie des ausgelösten Elektrons lässt sich nun näherungsweise mit den drei beteiligten Energieniveaus berechnen, nämlich mit der Bindungsenergie des untersten Lochzustandes  $E(K)$ , der Bindungsenergie des Elektrons, welches diesen Zustand auffüllt  $E(L_1)$ , und der effektiven Bindungsenergie des Augerelektrons  $E(L_{2,3}^*)$ , welche die Bindungsenergie der  $L_{2,3}$ -Schale mit einem Loch in der  $K$ -Schale ist. Damit ergibt sich eine Abschätzung für die kinetische Energie von

Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines  $KL_1L_{2,3}$ -Augerübergangs.

$KL_1L_{2,3}$ -Elektronen nach [14] zu

$$E(KL_1L_{2,3}) = E(K) - E(L_1) - E(L_{2,3}^*) \quad (2.3)$$

Die charakteristischen Auger-Energien sind für die verschiedenen Augerübergänge der einzelnen Elemente tabelliert und in Abb. 2.4 gezeigt. Die Energie der ausgetretenen Elektronen wird mit Hilfe eines Energieanalysators, welcher die Anzahl der Elektronen pro Zeiteinheit als Funktion der Energie misst, bestimmt. Dabei gibt es verschiedene Analysatorarten. Hier wurde ein Halbkugelanalysator des Typs HA 150 der Fa. VSI Vacuum Science Instruments GmbH verwendet. Dabei wird zwischen der inneren und äußeren metallischen Halbkugel ein elektrostatisches Feld so angelegt, dass es nur Elektronen mit einer bestimmten Energie möglich ist, den Analysator zu durchlaufen und in den Detektor (Channeltron) zu gelangen. Hier wurden die Augerspektren in „Pulszähltechnik“ aufgenommen, d.h. der vorher eingegebene Energiebereich wird so oft durchgefahren, bis die gewünschte Zählstatistik erreicht wurde. Ein Augerspektrum besteht also aus der Zählrate  $N(E)$  von Elektronen, die über die Energie aufgetragen wird. Damit der Unterschied zwischen den Augerlinien und den gestreuten Primärelektronen (Untergrund) deutlicher zu sehen ist, wird das Augerspektrum häufig differenziert und es wird  $dN(E)/dE$  aufgetragen. Häufig wird noch berücksichtigt, dass bei höheren Energien die Zählrate größer ist, deshalb kann statt  $dN(E)/dE$  auch  $d(E \cdot N(E))/dE$  aufgetragen werden. Da im differenzierten Spektrum die Augerlinien viel schärfer sind, ist eine Bestimmung der genauen Lage der Linien deutlich einfacher als im nicht differenzierten Spektrum. Der Peak-to-Peak-Abstand im differenzierten Spektrum ist ein Maß für die Anzahl der beteiligten Augerelektronen und kann für die quantitative Analyse der Augerspektren benutzt werden [16, 17, 18].



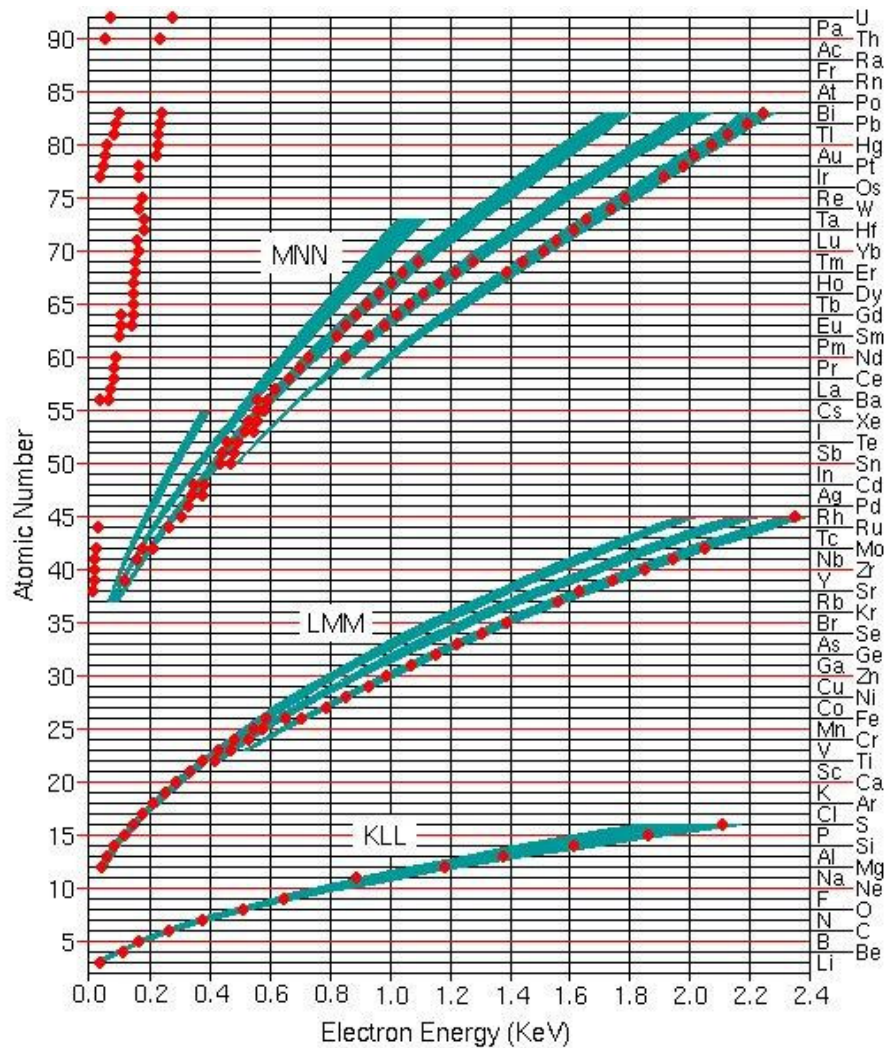


Abbildung 2.4: Augerlinien der Elemente, entnommen aus [15].

### 2.4.2 Elektronenbeugung (RHEED, LEED)

Ein Elektronenstrahl wird beim Durchgang durch Materie gestreut. Dabei treten in bestimmten Richtungen Intensitätsmaxima auf. Diese hängen von der Anordnung und Art der Atome ab. Dieser Effekt wird als Elektronenbeugung bezeichnet und geht auf die Welleneigenschaften der Elektronen zurück. Dabei wird jedes Atom als ein Streuzentrum betrachtet, von dem sich eine Elementarwelle wegbewegt. Die einzelnen Elementarwellen überlagern sich nun, so dass es an bestimmten Stellen zur Auslöschung und an anderen Stellen zur Verstärkung kommt. Nach de Broglie kann einem Elektron mit der Masse  $m_e$ , der Elementarladung  $e$ , der Geschwindigkeit  $v$



oder Energie  $eU_0$  die Wellenlänge

$$\lambda = \frac{h}{m_e \cdot v} = \sqrt{\frac{h^2}{2m_e \cdot eU_0}} \quad (2.4)$$

zugeordnet werden. Dabei ist  $h$  das Plancksche Wirkungsquantum. Für große Geschwindigkeiten wird eine relativistische Korrektur benötigt und es ergibt sich

$$\lambda = \sqrt{\frac{h^2}{2em_eU_0 \left(1 + \frac{eU_0}{2m_ec^2}\right)}} \quad , \quad (2.5)$$

wobei  $c$  die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum ist. Je nach Energie der Elektronen werden drei Bereiche unterschieden. Es gibt den niederenergetischen- (engl.: **Low Energy Electron Diffraction**, LEED), den mittlereenergetischen- (engl.: **Medium Energy Electron Diffraction**, MEED) und den hochenergetischen- (engl.: **Reflection High Energy Electron Diffraction**, RHEED) Bereich. Jeder dieser Bereiche erfordert spezielle technische Anforderungen und theoretische Behandlung. In dieser Arbeit wurden nur LEED und RHEED benutzt, auf die in den folgenden Abschnitten weiter eingegangen wird.

### Elektronenbeugung mit niederenergetischen Elektronen (LEED)

Bei der Beugung mit langsamen Elektronen (LEED) werden Elektronen mit Energien von 10 bis 500 eV benutzt. Dafür ergibt sich nach Gleichung 2.4 eine de Broglie-Wellenlänge für die Elektronen von  $\lambda \approx 4 \dots 0.5 \text{ \AA}$ . Im Gegensatz zu RHEED wird bei LEED ein relativ großer Teil der Probenoberfläche (abhängig vom Durchmesser des Primärstrahls) durch die Beugung erfasst. Eine Elementarzelle wird im Oberflächenbereich mit den Vektoren  $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, z_W \mathbf{e}_z$  (mit  $\mathbf{e}_z$  als Einheitsvektor, der normal zur Oberfläche in den Kristall weist) aufgespannt. Die Oberfläche kann nun mit einem Translationsvektor  $\mathbf{r}_T$  aufgebaut werden. Dieser setzt sich aus einer Linearkombination der beiden primitiven Vektoren  $\mathbf{a}_1$  und  $\mathbf{a}_2$ , die parallel zur Oberfläche liegen, zusammen. Es ergibt sich

$$\mathbf{r}_t = n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 \quad n_1, n_2 - \text{ganzzahlig.} \quad (2.6)$$

Die beiden Basisvektoren  $\mathbf{a}_1$  und  $\mathbf{a}_2$  bilden ein zweidimensionales Gitter. Für eine Elementarmasche werden die beiden Vektoren, die den Winkel  $\gamma \leq 90^\circ$  einschließen, benutzt. Damit ergeben sich für die reziproken Gittervektoren  $\mathbf{a}_1^*$  und  $\mathbf{a}_2^*$  folgende Definitionsgleichungen

$$\mathbf{a}_i^* \cdot \mathbf{a}_j = 2\pi \delta_{ij} \quad i, j = 1, 2$$

$$a_i^* = \frac{2\pi}{a_i \sin \gamma} \quad i, j = 1, 2 \quad (2.7)$$

$$\mathbf{a}_i^* \perp \mathbf{a}_j \quad i \neq j = 1, 2 \quad \gamma^* = 180^\circ - \gamma$$

Mit einer Linearkombination der beiden reziproken Vektoren  $\mathbf{a}_1^*$  und  $\mathbf{a}_2^*$  kann das reziproke Netz aufgespannt werden.

$$\mathbf{g}_{hk} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* \quad h, k - \text{ganzzahlig} \quad (2.8)$$

Bei LEED lässt sich wiederum die Lage der Reflexe mit der geometrischen Theorie berechnen. Der einfallende Primärstrahl wird als ebene Welle

$$\Psi_0 = A_0 \exp(i\mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}) \quad (2.9)$$

beschrieben. Es wird nur die elastische Streuung am Oberflächengitter betrachtet. Die Gleichungen  $E = E_0$  und  $|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}_0|$  müssen dabei erfüllt werden. Für die zur Oberfläche parallele Komponente von  $\mathbf{k}$  gilt

$$\mathbf{k}_{\parallel} = \mathbf{k}_{0\parallel} + \mathbf{g}_{hk} \quad . \quad (2.10)$$

Dieses ist die Laue-Bedingung für das zweidimensionale Gitter. Demnach gilt für den Beugungsvektor  $(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)$

$$\mathbf{k}_{\parallel} - \mathbf{k}_{0\parallel} = \mathbf{g}_{hk} \quad \wedge \quad |\mathbf{k}| = |\mathbf{k}_0| \quad . \quad (2.11)$$

Aus diesen Bedingungen lassen sich jetzt die Beugungspunkte berechnen. Sie können aber auch aus der Ewald-Konstruktion entnommen werden. Die Lage der Reflexe hängt also sehr stark von der Energie der Elektronen ab. Je größer die Energie wird, desto größer wird  $\mathbf{k}_0$ . Damit wächst auch der Radius der Ewald-Kugel und der Winkel zwischen  $\mathbf{k}$  und der Flächennormalen wird kleiner, so dass sich die Beugungsreflexe mit steigender Energie auf den direkt (spekular) reflektierten Strahl (00-Strahl) zubewegen. Diese Eigenschaft kann zur Identifizierung des 00-Strahls benutzt werden. Um Aussagen über die Intensität der Reflexe zu machen, muss die dynamische Streutheorie betrachtet werden. Dazu sei aber auf weiterführende Literatur [19] verwiesen.

Da die Elektronen eine niedrige Energie haben, werden schon bei kleinem Einfallswinkel große Beugungswinkel erzielt. In Abb. 2.5 ist ein schematischer Aufbau einer LEED-Anordnung gezeigt. Es wird ein senkrechter Einfall des Elektronenstrahls auf die Probe benutzt. Dabei werden die Elektronen mit einer bestimmten Geschwindigkeit  $v$  aus einer  $e^-$ -Kanone auf die Probe geschossen. Die dort gebeugten

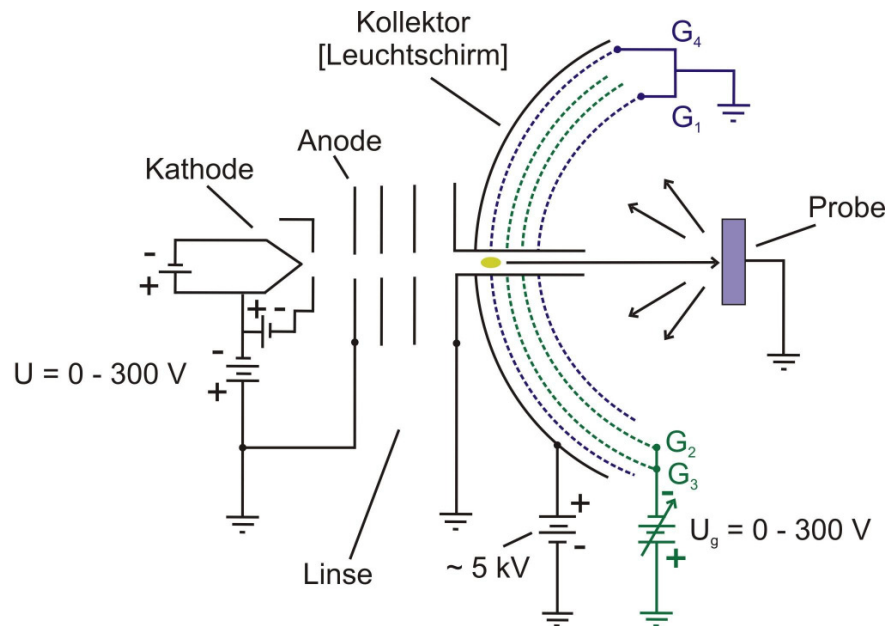


Abbildung 2.5: Darstellung einer LEED-Anordnung, wie in [14].

Elektronen werden dann nach Selektion (Gitter 1 und 2) und Nachbeschleunigung (Gitter 3) auf einem kugelförmigen Leuchtschirm sichtbar gemacht. Bei der Selektion der Elektronen werden die niederenergetischen inelastisch gestreuten Elektronen herausgefiltert. Nur die elastischen Elektronen haben genügend Energie, das Gegenfeld der Gitter 1 und 2 zu überwinden. Da ihre Energie aber nicht mehr ausreicht, den Schirm zur Fluoreszenz anzuregen, müssen diese nachbeschleunigt werden (Gitter 3). Trifft der  $e^-$ -Strahl senkrecht auf die Oberfläche, ist das Beugungsbild die Projektion der Ewaldkugel längs der reziproken Gitterstangen, welche senkrecht auf der Probenoberfläche stehen. Da sich die Verzerrungen des Leuchtschirms und der Ewaldkugel gegenseitig aufheben, ist das LEED-Bild maßstäblich der Querschnitt durch die Stangen des reziproken Raumes. Die Beziehung des LEED-Bildes im reziproken Raum mit der experimentellen Anordnung der LEED-Optik ist in Abb. 2.6 dargestellt.

Wie oben schon beschrieben, fallen hier die Elektronen senkrecht auf die Probe und werden nach Filterung und Nachbeschleunigung auf dem Leuchtschirm sichtbar gemacht. Dieser Leuchtschirm kann durch zwei gegenüberliegende Sichtfenster beobachtet werden, wobei sich auf einer Seite die  $e^-$ -Kanone befindet und auf der anderen der Kristall.

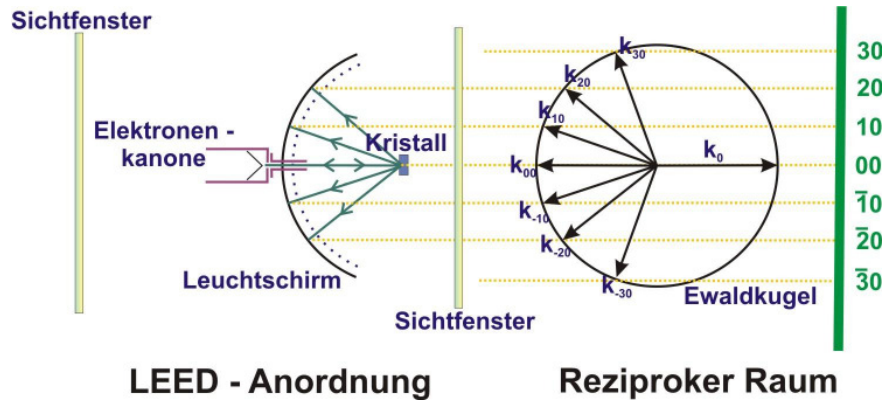


Abbildung 2.6: Beziehung des LEED-Bildes im reziproken Raum mit der experimentellen Anordnung einer LEED-Optik.

### Elektronenbeugung mit hochenergetischen Elektronen (RHEED)

RHEED ist in der Oberflächenphysik eine sehr nützliche Untersuchungsmethode [14, 19]. Sie kann auch während des Aufdampfens Beugungsbilder zeigen. Diese hängen nur von der Anordnung der Atome auf der Oberfläche ab. Aus den RHEED-Bildern ist es möglich, direkt auf die Qualität der Oberfläche und die Orientierung des Kristalls (z.B. der Substratoberfläche oder der aufgedampften Schichten) zu schließen. Aufgrund der Oberflächensensitivität und damit der Empfindlichkeit gegenüber verschiedenen Wachstumsprozessen ist es möglich, während des Aufdampfvorgangs zwischen verschiedenen Wachstumsarten zu unterscheiden (z.B. Lagen- oder Inselwachstum). Falls RHEED-Intensitätsoszillationen erkennbar sind, handelt es sich annähernd um Lagenwachstum, und es kann die Anzahl der aufgedampften Atomlagen (Monolagen) bestimmt werden. Bei RHEED treffen die Elektronen (mit  $E = 10 - 30 \text{ keV}$  bzw.  $\lambda \approx 0.12 \dots 0.07 \text{ \AA}$ ) in einem streifenden Einfall auf die Probe. Bei der hier benutzten Anlage beträgt der Einfallswinkel relativ zur Oberfläche ca.  $2^\circ$ . Aufgrund des streifenden Einfalls haben die Elektronen eine geringe Eindringtiefe in den Kristall, so dass es sich um eine oberflächensensitive Untersuchungsmethode handelt.

Die Lage der Beugungsreflexe lässt sich näherungsweise mit Hilfe der geometrischen Theorie berechnen. Dabei wird angenommen, dass im idealen Kristall auf jedes Atom der ungeschwächte Elektronenstrahl mit der Wellenlänge  $\lambda$  trifft. Von jedem Atom geht nun eine gleichstarke Kugelwelle aus. Dabei wird Mehrfachstreuung, also Streuung bereits gestreuter Wellen, ausgeschlossen. Es ist sinnvoll, den Streuprozess im reziproken Gitter mit den Basisvektoren  $\mathbf{a}_i^*$  zu betrachten. Fällt nun eine ebene Welle  $\mathbf{s}_0 = A_0 \exp(i\mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r})$  auf einen Kristall ein, so gilt nach der Laue-Beziehung

für mögliche Beugungsreflexe  $\mathbf{s} = B_0 \exp(i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r})$  die Bedingung

$$\frac{\mathbf{s}_0 - \mathbf{s}}{\lambda} = \mathbf{h} \quad \text{mit} \quad (|\mathbf{s}_0| = |\mathbf{s}| = 1). \quad (2.12)$$

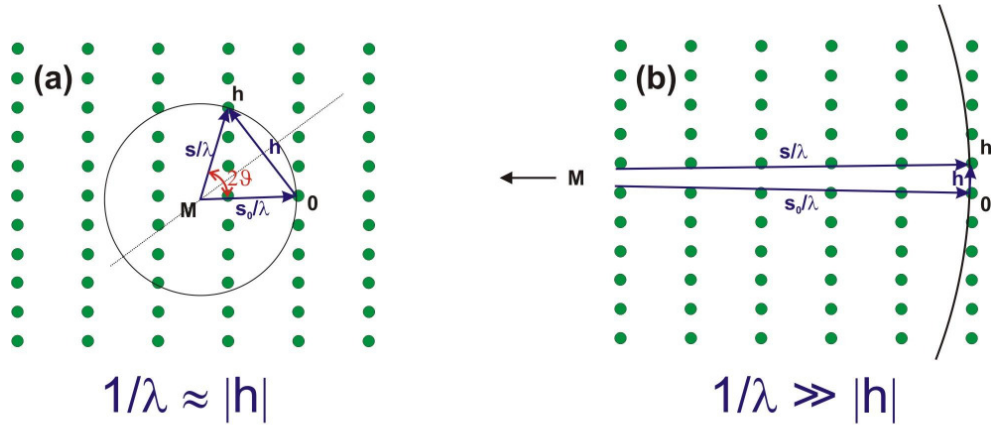
Für den Vektor  $\mathbf{h}$  gilt bis auf einen gemeinsamen Faktor  $n$  mit den Millerschen Indizes  $(hkl)$

$$\mathbf{h} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* + l\mathbf{a}_3^* \quad \text{mit} \quad (hkl = 0, \pm 1, \pm 2, \dots). \quad (2.13)$$

Dabei hat  $\mathbf{h}$  die Richtung der Flächennormalen der Ebenenscharen  $(hkl)$ ; sein Betrag ergibt sich zu:

$$|\mathbf{h}| = nd_{hkl}^{-1} \quad \text{mit} \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (2.14)$$

$d_{hkl}$  gibt den Abstand zweier benachbarter Ebenen der betreffenden Schar an. Mit Hilfe der Ewaldschen Konstruktion im Raum des reziproken Gitters (Abb. 2.7 (b)) lässt sich die gesuchte Lösung  $\mathbf{s}$  anschaulich darstellen. Hierbei wird um den Punkt  $M(-\mathbf{s}_0/\lambda)$  eine Kugel vom Radius  $1/\lambda$  gezeichnet. Die Gleichung 2.12 wird genau dann erfüllt, wenn diese Kugel einen reziproken Gitterpunkt schneidet, da  $\mathbf{h}$  dann ganzzahlige Koordinaten hat.



## Ewaldsche Konstruktion

Abbildung 2.7: Ewaldsche Konstruktion für (a)  $1/\lambda \approx |\mathbf{h}|$  und (b)  $1/\lambda \gg |\mathbf{h}|$ , wie in [19].

Somit ergibt sich die Braggsche Gleichung für den Streuwinkel  $2\theta$  zu:

$$2 \sin \theta = n\lambda d_{hkl}^{-1} \quad (2.15)$$

Da bei RHEED die Wellenlänge gegenüber den Gitterkonstanten klein ist, ist der Radius der Ewald-Kugel im Vergleich zu den reziproken Gitterkonstanten groß. Deshalb kann die Ewald-Kugel bei RHEED im Bereich kleiner Streuwinkel durch ihre

Tangentialebene senkrecht zum einfallenden Primärstrahl ersetzt werden. Fällt diese Ebene mit einer Ebene des reziproken Gitters zusammen, wird näherungsweise auf einem ebenen RHEED-Schirm eine Parallelprojektion dieser Ebene des reziproken Gitters erhalten. Um nicht nur eine Aussage über die Lage der Reflexe machen zu können, sondern auch über die Intensität und Form, muss die geometrische Theorie erweitert werden. Es kommt zur kinematischen Theorie [19]. Dabei wird von der zeitunabhängigen Schrödinger-Gleichung für die Elektronenwellenfunktion  $\Psi(\mathbf{r})$  im periodischen Potenzial  $\Phi(\mathbf{r})$  des Kristalls ausgegangen:

$$(\Delta + \mathbf{k}^2) \Psi(\mathbf{r}) = U(\mathbf{r})\Psi(\mathbf{r}); \quad U(\mathbf{r}) \equiv (-2em_e/\hbar^2)\Phi(\mathbf{r}) \quad (2.16)$$

Als einfallende ebene Primärwelle wird  $\Psi_0 = A_0 \exp(i\mathbf{k}_0\mathbf{r})$  angenommen. Sie ist die durch Ihren Wellenzahlvektor  $\mathbf{k}_0 = (2\pi/\lambda)\mathbf{s}_0$  charakterisiert. Nun kann Gleichung 2.16 in eine Integralgleichung umgeschrieben werden:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \Psi_0 + \Psi_S = \Psi_0 - \frac{1}{4\pi} \int_{\tau'} U(\mathbf{r}')\Psi(\mathbf{r}') \frac{\exp(i|\mathbf{k}||\mathbf{r} - \mathbf{r}'|)}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} d\tau' \quad (2.17)$$

Hierbei wird über das Volumen des Streukörpers  $\tau'$  integriert. Die Streuwelle  $\Psi_s(\mathbf{r})$  wird durch die Überlagerung der von verschiedenen Punkten  $\mathbf{r}'$  im Streukörper ausgehenden Kugelwellen bestimmt. Die Amplituden dieser Kugelwellen werden durch das Streupotenzial  $U(\mathbf{r}')$  und durch die eingestrahlte Erregerwelle  $\Psi(\mathbf{r}')$  bestimmt, die sich wiederum aus der Primärwelle  $\Psi_0(\mathbf{r}')$  und allen anderen Streuwellen  $\Psi_S(\mathbf{r}')$  ergibt. Die Gleichung 2.17 ist eine vollständige Beschreibung der Beugung. Sie ist nicht einfach zu lösen, da die gesuchte Wellenfunktion  $\Psi(\mathbf{r})$  im Integranden steht. Daher macht die kinematische Theorie einige Annahmen. Der Streuanteil soll klein gegenüber der einfallenden Primärwelle sein. Jetzt kann im Integranden  $\Psi$  durch  $\Psi_0$  ersetzt werden. Hier wird, wie auch schon in der geometrischen Theorie, Mehrfachstreuung vernachlässigt. Damit ist die kinematische Theorie die erste Bornsche Näherung des Streuproblems. Eine weitere Annahme ist die Fraunhofersche Näherung ( $\mathbf{r} \gg \mathbf{r}'$ ), d.h. die Streuwelle wird in einem großen Abstand zum Kristall untersucht. Es ergibt sich näherungsweise eine Kugelwelle mit stark ortsabhängiger Amplitude [19]:

$$\Psi_S = -\frac{1}{4\pi} \frac{A_0 \exp(ikr)}{r} \int_{\tau'} U(\mathbf{r}') \exp(-i(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)\mathbf{r}') d\tau' \quad (2.18)$$

Wird nun die Streuung an einem Kristallgitter betrachtet, lässt sich diese Formel weiter umformen. Das Streuvolumen  $\tau'$  kann in  $M$  gleiche Elementarzellen mit den Basisvektoren  $\mathbf{a}_i$  aufgeteilt werden. Der Streuvektor  $\mathbf{r}'$  kann durch einen Ortsvektor  $\mathbf{r}''$  innerhalb der Elementarzelle und dem Vektor  $\mathbf{r}'_m = m_1\mathbf{a}_1 + m_2\mathbf{a}_2 + m_3\mathbf{a}_3$ , ( $m_i =$

$0, \pm 1, \dots$ ) zur Elementarzelle  $m$  zusammengesetzt werden. Das Streupotenzial  $U(\mathbf{r}')$  hat die gleiche Periodizität wie das Gitter. Deshalb kann die Integration als eine Summation über alle Zellen multipliziert mit dem für alle Zellen gleichen Integral über das Zellvolumen  $\tau''$  geschrieben werden.

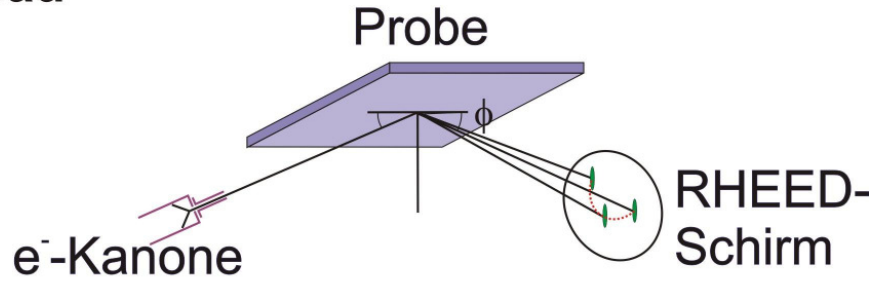
$$\Psi_S = -\frac{A_0 \exp(ikr)}{4\pi r} \int_{\tau''} U(\mathbf{r}'') \exp(-i(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)\mathbf{r}'') d\tau'' \sum_m \exp(-i(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)\mathbf{r}'_m) \quad (2.19)$$

Hierbei wird das Integral als Strukturamplitude  $F$  und die Summe als Gitteramplitude  $G$  bezeichnet. Für die Intensität  $I_S \sim \Psi_S \Psi_S^*$  des Beugungsbildes ergibt sich

$$I_S = \frac{I_0}{r^2} |G|^2 |F|^2 \quad (2.20)$$

$|G|^2$  und  $|F|^2$  werden Gitter- bzw. Strukturfaktor genannt.

## Aufbau



## Ewaldkonstruktion

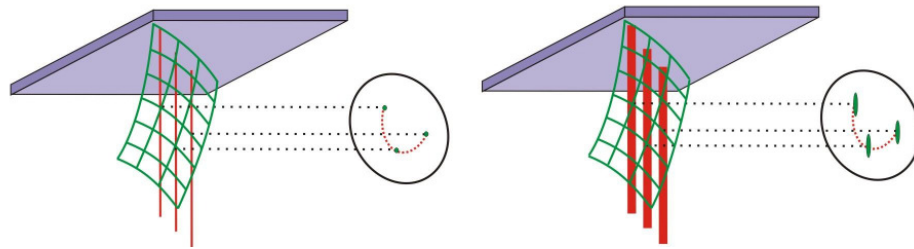


Abbildung 2.8: Schematische Versuchsanordnung und Ewaldkonstruktion bei RHEED.

Wie in Abb. 2.8 erkennbar, fallen bei der RHEED-Anordnung die Elektronen in einem streifenden Einfall ( $\alpha \approx 1 - 5^\circ$ ) auf die Probe ein, deshalb haben sie nur eine sehr geringe Eindringtiefe ( $\approx 0.3 - 2 \text{ \AA}$ ). Im Beugungsbild werden nur die oberflächennahen Schichten abgebildet. Die elastisch gestreuten Elektronen haben genügend Energie, ohne Nachbeschleunigung den Leuchtschirm zu erreichen

und zum Leuchten anzuregen. Dagegen haben die gestreuten Elektronen bzw. Sekundärelektronen so wenig Energie, daß meistens kein Energiefilter eingebaut werden muss, um sie vom Leuchtschirm fern zu halten. Zur Konstruktion des Beugungsbildes kann wieder die Ewald-Kugel benutzt werden.

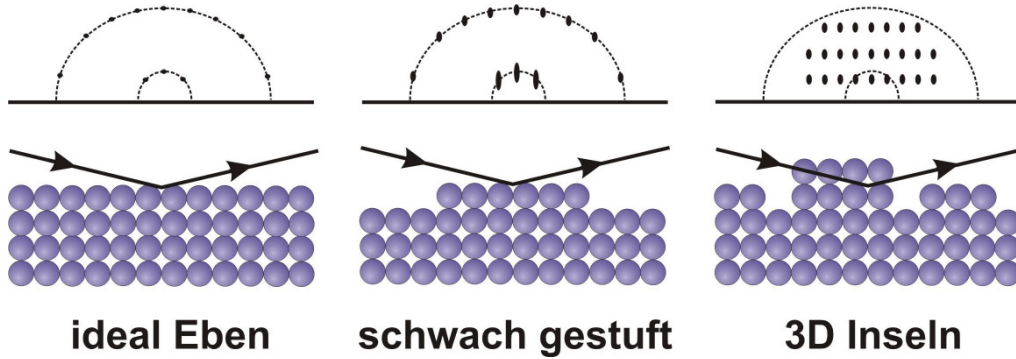


Abbildung 2.9: Beispiele für Oberflächenanordnungen und die jeweiligen RHEED-Bilder, schematisch.

In Abb. 2.8 ist wegen des großen Radius der Ewald-Kugel nur ein Ausschnitt gezeigt 2.8(unten). Aufgrund der geometrischen Anordnung ist nur eine Halbkugel beobachtbar. Wird eine ideal glatte Oberfläche mit RHEED untersucht, ergibt sich als Beugungsfigur ein Muster aus Punkten, die auf Kreisbögen angeordnet sind, entsprechend den Schnittpunkten der Ewald-Kugel mit den Stangen des reziproken Gitters. Die Stangen entstehen dadurch, dass die nächsten Nachbarn für Oberflächenatome unendlich weit entfernt sind. Die länglichen Reflexe im Beugungsbild gehen auf Kristallfehler der Probe zurück. In Abb. 2.9 sind eine Reihe von Oberflächenstrukturen und die dazugehörigen RHEED-Bilder gezeigt. Aus der Ewald-Konstruktion und der Bragg'schen Gleichung 2.15 ergibt sich für kleine Streuwinkel ( $\sin \theta \approx \tan \theta \approx \theta$ )

$$R = \lambda L \frac{n}{d_{hkl}} \quad . \quad (2.21)$$

$R$  ist der Reflexabstand auf dem Schirm,  $L$  ist der Abstand von der Probe zum Schirm,  $\lambda$  die Wellenlänge und  $d_{hkl}$  der Netzebenenabstand. Werden RHEED-Bilder während eines Aufdampfvorganges aufgenommen, ist es einfacher, die Verhältnisse von Reflexabständen zu betrachten. Es ergibt sich das Verhältnis der Gitterkonstanten vom Substrat  $a_{Sub}$  zur Gitterkonstanten des Materials des aufgedampften Films  $a_F$  als reziprokes Verhältnis des Reflexabstandes.

$$\frac{a_F}{a_{Sub}} = \frac{1}{\frac{R_F}{R_{Sub}}} \quad (2.22)$$

Oft sind in den Beugungsbildern noch schwach gekrümmte Linien zu sehen, die sog.



Kikuchi-Linien. Sie entstehen durch unelastische, mit wenig Energieverlust verbundener Streuung im Kristall. Die bei dieser Streuung entstehende Kugelwelle erfährt nun weitere elastische Streuung. Für diese Kugelwelle wird bei einem festen Bragg'schen Winkel  $\vartheta$  mit der Ewaldschen Konstruktion durch Rotation der möglichen Streurichtungen  $\mathbf{s}$  um die Achse  $\mathbf{h}$  ein Doppelkegel (oder auch Kossel-Kegel genannt) [19] erhalten. Die Schnittlinien des Doppelkegels und des Schirmes sind die Kikuchi-Linien. Mit diesen Kikuchi-Linien ist es recht einfach, die Orientierung des Kristalls festzulegen. Die Kikuchi-Linien verschieben sich schon bei kleiner Änderung des Einfall-Azimuths gegen die Reflexe.

Wie schon erwähnt kann mit RHEED unter Umständen auch Lagenwachstum nachgewiesen werden. Dazu werden RHEED-Intensitätsoszillationen benutzt. Dies wurde in dieser Arbeit zur Kalibrierung der Schwingquarze für die ultradünnen Fe-Filme auf GaAs(001) (Kapitel 5) gebraucht. Sie beruhen auf der Eigenschaft, dass die gestreuten Wellen in Abhängigkeit von der Schichtbedeckung einmal konstruktiv und einmal destruktiv interferieren und deshalb Schwankungen in der Intensität als Funktion von der Bedeckung zu beobachten sind. Dabei besteht die Möglichkeit sowohl in spekulärer als auch in diffuser Streuung zu messen. Da die Gesamtsumme der reflektierten Elektronen gleich bleibt, bedeutet eine Oszillation in der Intensität einer der beiden Streugeometrien, dass die andere auch oszillieren muss und zwar gegenphasig. Demnach bedeutet ein Maximum in spekulärer Streuung ein Minimum bei der diffusen Streuung und umgekehrt.

## 2.5 Strukturuntersuchungen: Röntgendiffraktometrie (XRD)

Mit der Röntgendiffraktometrie in der  $\theta - 2\theta$  Anordnung ist es möglich, die Kristallstruktur (Weitwinkel) und die Schichtdicke (Kleinwinkel) eines aufgedampften Films zu bestimmen. Bei den hier gemachten Experimenten wurde das Diffraktometer Kit PW 1730 der Fa. Philips benutzt, welches mit einer Kupferröntgenröhre ausgestattet ist. Es wurde mit der  $\text{CuK}_\alpha$ -Linie mit einer Wellenlänge  $\lambda$  von  $1.54056 \text{ \AA}$  gemessen. Diese Strahlung besitzt eine Energie von  $8.04778 \text{ keV}$ . Eine schematische Zeichnung, aus der die Bragg-Gleichung (2.15) und damit der Grund für die  $\theta$ - $2\theta$  Anordnung folgt, ist in Abb. 2.10 gezeigt. Dort treffen die Röntgenstrahlen unter einem Winkel  $\theta$  auf den Kristall und werden bei bestimmten Winkeln auch wieder reflektiert.

Der Verlauf der Röntgenstrahlung im Diffraktometer ist folgender. Die Röntgenstrahlen werden in der Anode erzeugt und verlassen die Röntgenröhre. Dabei werden

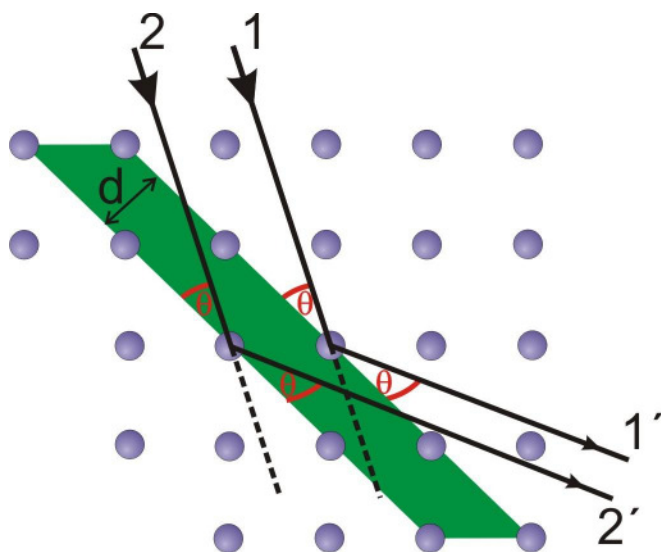


Abbildung 2.10: Schematische Zeichnung der Streuung von Röntgenstrahlen am Kristallgitter, aus der die Bragg-Gleichung abgelesen werden kann.

sie durch ein Divergenzstrahlensystem und einen Divergenzspalt (B), der den einfallenden Strahl begrenzt, auf die Probe geleitet. Die Röntgenstrahlen, welche die Bragg Bedingung (siehe Gl. 2.15) erfüllen, werden an der Probe reflektiert und über einen Fokussierspalt (D) und einen weiteren Spalt (F), welcher als Streufilter wirkt, durch einen Monochromator in den Detektor geleitet. Hier wurde ein Graphitmonochromator, der aufgrund von Bragg-Beugung die  $CuK_{\alpha}$ -Linie herausfiltert, eingesetzt. Im Spektrum ist aber auch noch die  $CuK_{\beta}$ -Linie und etwas Bremsstrahlung enthalten, welche einen Bragg-Peak bei kleineren Beugungs-Winkeln im Vergleich zur  $CuK_{\alpha}$ -Linie ergeben. Als Detektor wird ein Szintillationszähler benutzt. Bei unserem Diffraktometer kann sich der Detektor auf einer Kreisbahn bewegen. Er bewirkt das Detektieren des gebeugten Strahls bei einem Winkel von  $2\theta$  bezüglich der Richtung des einfallenden Strahls.

In dieser Apparatur können die Spalte B, D und F ausgetauscht werden, wobei B und F gleich groß sein sollen, da sie den Strahl begrenzen und den gleichen Abstand zur Probe haben. Mit D kann die Auflösung verändert werden; dabei gilt, je größer dieser Spalt D ist, desto größer ist die Intensität; allerdings wird dann das Auflösungsvermögen kleiner. Für die Weitwinkel-Messungen werden die Strahldivergenzen  $B = F = 1^{\circ}$  und  $D = 0.2 \text{ mm}$  verwendet, für die Kleinwinkel-Messungen die Strahldivergenzen  $B = F = 0.2^{\circ}$  und  $D = 0.05 \text{ mm}$ .

## 2.6 Magnetische Untersuchungsmethoden

### 2.6.1 $^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerspektroskopie

Die Mössbauerspektroskopie beruht auf einem Effekt, der 1958 von R.L. Mößbauer entdeckt wurde ([20], [21]) und wofür er 1961 den Nobelpreis bekam. Der Mössbauer-effekt beschreibt die rückstoßenergiefreie Kernresonanzabsorption von  $\gamma$ -Strahlung. Dabei sind die Mössbauerisotope in einem Kristallgitter eingebaut. In dieser Arbeit wurde nur das  $^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerisotop verwendet. Dabei ist zu beachten, dass natürliches Eisen auch  $^{57}\text{Fe}$  enthält. Natürliches Eisen ( $^{nat}\text{Fe}$ ) setzt sich zu 5.8 % aus  $^{54}\text{Fe}$ , zu 91.7 % aus  $^{56}\text{Fe}$ , zu 2.2 % aus  $^{57}\text{Fe}$  und zu 0.3 % aus  $^{58}\text{Fe}$  zusammen. Emittieren die  $^{57}\text{Fe}$ -Atomkerne Gammaquanten, wird beim Mössbauer-Effekt die Rückstoßenergie vom gesamten Kristallgitter aufgenommen. Damit wird eine Auflösung entsprechend der natürlichen Linienbreite  $\Gamma_0$  erreicht, welche sich über die Heisenbergsche Unschärferelation

$$\Gamma_0 = \frac{\hbar}{\tau_N} \quad \hbar = \text{Plancksche Wirkungsquantum} \quad (2.23)$$

aus der mittleren Lebensdauer  $\tau_N$  des angeregten Kern-Zustandes ergibt ( $\tau_N = 141 \text{ ns}$  für den ersten angeregten 14.4 keV-Kernzustand des  $^{57}\text{Fe}$  bzw.  $\Gamma_0 = 4.665 \cdot 10^{-9} \text{ eV}$ ). Die bis dahin unerreichte Genauigkeit in den Energie- und Frequenzmessungen konnten wichtige Voraussagen der allg. Relativitätstheorie experimentell bestätigen. Details über den Mössbauereffekt kann in verschiedenen Lehrbüchern ([22] - [27]) gefunden werden.

Für die Energie des Kerns vor der Emission des  $\gamma$ -Quants ergibt sich:

$$E_{\text{vorher}} = E_a + \frac{\mathbf{p}^2}{2m} \quad , \quad (2.24)$$

hier ist  $m$  die Kernmasse,  $E_a$  die Kern-Anregungsenergie und  $\mathbf{p}$  der Impuls des Kerns. Die Energie nach der Emission sieht folgendermaßen aus:

$$E_{\text{nachher}} = E_g + \frac{(\mathbf{p} - \hbar \mathbf{k})^2}{2m} \quad , \quad (2.25)$$

dabei ist  $E_g$  die Kern-Grundzustandsenergie und  $\mathbf{k}$  die Wellenzahl des  $\gamma$ -Quants. Damit ergibt sich eine Energiedifferenz  $E_\gamma$  für das  $\gamma$ -Quant:

$$\begin{aligned}
 E_\gamma &= E_{\text{vorher}} - E_{\text{nachher}} \\
 &= E_a + \frac{\mathbf{p}^2}{2m} - E_g - \frac{(\mathbf{p} - \hbar\mathbf{k})^2}{2m} \\
 &= E_0 + \frac{\mathbf{p}^2}{2m} - \frac{\mathbf{p}^2}{2m} + \frac{\mathbf{p} \cdot \hbar\mathbf{k}}{m} - \frac{\hbar^2\mathbf{k}^2}{2m} \\
 E_\gamma &= E_0 + \underbrace{\hbar\mathbf{v} \cdot \mathbf{k}}_{\text{Dopplerverbreiterung}} - \underbrace{\frac{\hbar^2\mathbf{k}^2}{2m}}_{\text{konst. Rueckstoßterm } E_R} \quad (2.26)
 \end{aligned}$$

wobei  $E_0 = E_a - E_g$  die Kern-Übergangsenergie ist. Typische Werte, die sich dabei ergeben, sind für die geschwindigkeitsabhängige Dopplerverbreiterung bei 300 K ca.  $10^{-2} \text{ eV}$  und für den konstanten Rückstoßterm von  $^{57}\text{Fe}$  ein Wert von  $E_R = 2 \cdot 10^{-3} \text{ eV}$ . Bei Kernübergängen ist also  $2 E_R \gg \Gamma_0$ . Durch den Einbau des Mössbauerkerns in einen Kristall gelingt es aber, mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit die Rückstoßenergie vom gesamten Kristall mit der Masse  $M \gg m$  aufnehmen zu lassen. Dann wird  $E_R \approx 0$ .

## Der Debye-Waller-Faktor

Der Debye-Waller-Faktor  $f$  (in der Mössbauerspektroskopie auch Lamb-Mössbauer-Faktor genannt) gibt die Wahrscheinlichkeit für rückstoßenergiefreie Emissions- (oder Absorptions-) Prozesse an. Er ist durch folgende Gleichung definiert:

$$f = \frac{\text{Anzahl der rückstoßenergiefreien Emissionen(Absorptionen)}}{\text{Anzahl sämtlicher Emissionen(Absorptionen)}} \quad (2.27)$$

Pauschal kann gesagt werden, je kleiner die Temperatur, desto größer ist  $f$ . Dabei wird  $f$  bei  $T = 0 \text{ K}$  maximal, ist aber aufgrund der Nullpunktsschwingung des Gitters  $< 1$ .

Für den Fall eines eindimensionalen harmonischen Oszillators ergibt sich ein Debye-Waller-Faktor von

$$f = \exp(-k^2 \langle x^2 \rangle) \quad (2.28)$$

wobei  $\langle x^2 \rangle$  im klassischen Modell einfach  $\frac{a^2}{2}$  beträgt;  $a$  ist die thermische Gitteramplitude. Bei  $T = 0 \text{ K}$  gilt im quantenmechanischen Fall  $\langle x^2 \rangle = \frac{\hbar}{2m\Omega}$ ,  $\Omega$  ist die Phononenfrequenz. Für  $T \neq 0 \text{ K}$  ergibt sich für den quantenmechanischen Fall

im Debye-Modell:

$$\langle x^2 \rangle_D = \frac{3\hbar^2}{4mk_B\Theta_D} \left[ 1 + 4 \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^2 \int_0^{\Theta_D/T} \frac{y}{\exp(y) - 1} dy \right] \quad (2.29)$$

mit  $y := \frac{\hbar\Omega}{k_B T}$

Dies ergibt in Näherung für hohe Temperaturen ( $T \gg \Theta_D$ ) einen proportionalen Zusammenhang zwischen dem mittleren Auslenungsquadrat und der Temperatur, und für den Fall tiefer Temperaturen ( $T \ll \Theta_D$ ) einen quadratischen Zusammenhang, also:

$$\langle x^2 \rangle_D \sim \begin{cases} T & \text{für } T \gg \Theta_D \\ T^2 & \text{für } T \ll \Theta_D \end{cases} \quad (2.30)$$

Die Resonanzlinien in den Mössbauerspektren haben die Form einer Lorentzkurve  $L(x) = \frac{1}{a+bx^2}$ . Dabei ist die Halbwertsbreite (engl.: **F**ull **W**idth **H**alf **M**aximum, FWHM) eines Absorptionsspektrums das Doppelte der natürlichen Linienbreite  $\Gamma_0 \approx 0.097 \text{ mm/s}$ , d.h.

$$FWHM = 2\Gamma_0 = 0.1949 \text{ mm/s} \quad (2.31)$$

( $1 \text{ mm/s} = 4.80766 \cdot 10^{-8} \text{ eV} = 11.6248 \text{ MHz}$ ). Um den Debye-Waller-Faktor zu berechnen, wird die spektrale Fläche  $A$  unter der Lorentzkurve benötigt, da für dünne Mössbauerabsorber  $A \sim f$  ist. Ansonsten sind folgende spektrale Mössbauerparameter aus einem Mössbauerspektrum zu entnehmen, die in den folgenden Abschnitten ausführlicher beschrieben werden:

- Isomerieverschiebung  $\delta$
- elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$
- Zeeman-Aufspaltung

### Isomerieverschiebung $\delta$

Das Energieniveau ist für einen realen, ausgedehnten Kern mit einem mittleren quadratischen Kernradius  $\langle r^2 \rangle$  gegenüber einem (idealisierten) punktförmigen Kern, verschoben. Diese Energieverschiebung ist in Abb. 2.6.1 schematisch dargestellt und wird durch den Term  $E_C$

$$E_C = \frac{Ze^2}{6\epsilon_0} |\Psi(0)|^2 \langle r^2 \rangle \quad (2.32)$$

beschrieben.

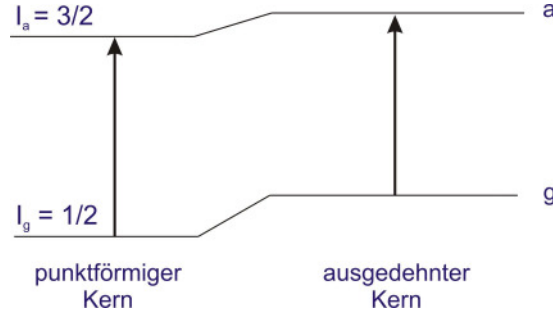


Abbildung 2.11: Schematische Skizze zur Verdeutlichung der Energieniveaus bei der Isomerieverschiebung.

Im Mössbauer-Experiment, bei dem sich üblicherweise die Quelle mit einer Geschwindigkeit  $v$  relativ zum stationären Absorber bewegt, wird die emittierte  $\gamma$ -Strahlung aufgrund des linearen Dopplereffekts gemäß  $v/c = \Delta E/E_0$  mittels der variablen Geschwindigkeit  $v$  energiemoduliert ( $\Delta E$ ). Bei einer bestimmten Quellengeschwindigkeit  $v_{res}$  erhält man Resonanzabsorption im Absorber. Es ergibt sich [22]:

$$v_{res} = \frac{Ze^2 \cdot c}{6\epsilon_0 \hbar \omega_0} (\langle r_a^2 \rangle - \langle r_g^2 \rangle) (|\Psi_A(0)|^2 - |\Psi_Q(0)|^2) \quad (2.33)$$

wobei der Wert  $v_{res}$  als Isomerieverschiebung  $\delta$  bezeichnet wird ( $|\Psi_A(0)|^2$  bzw.  $|\Psi_Q(0)|^2$  ist die s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kernort im Absorber bzw. in der Quelle). Es besteht die Definition, dass bei Hinbewegung der Quelle auf den Absorber die Geschwindigkeit  $v$  positiv ist und umgekehrt. Bei  $^{57}\text{Fe}$  ist der Kernradius des ersten angeregten Zustands  $\langle r_a^2 \rangle$  kleiner als der Kernradius im Grundzustand  $\langle r_g^2 \rangle$ . Daraus folgt für  $^{57}\text{Fe}$ , dass der Faktor  $\langle r_a^2 \rangle - \langle r_g^2 \rangle$  in Gl. (2.33) negativ ist. Da es sich bei der Isomerieverschiebung um eine relative Größe handelt, muss nicht nur das resonante Isotop (hier:  $^{57}\text{Fe}$ ), sondern auch die Umgebung (Matrix) mit angegeben werden. Zur Aufnahme der Spektren wurde in dieser Arbeit eine Quelle benutzt, bei der radioaktives  $^{57}\text{Co}$  in einer Rhodium-Matrix eingebaut war. Empirisch findet man bei Raumtemperatur eine Isomerieverschiebung im Mössbauerspektrum für eine bewegte ( $^{57}\text{Co}$  in Rh)-Quelle (Rh( $^{57}\text{Fe}$ )) und  $^{57}\text{Fe}$  im  $\alpha$ -Fe als stationärem Absorber von

$$\delta = -0.106 \text{ mm/s} \quad . \quad (2.34)$$

Bei Raumtemperatur findet man also bei Verwendung einer bewegten ( $^{57}\text{Co}$  in Rh)-Quelle und einem stationären Eisen-Absorber eine Verschiebung der Resonanzlinie um  $-0.106 \text{ mm/s}$  (relativ zum Geschwindigkeits-Nullpunkt bei  $v = 0$ ). Ein Eisenabsorber ( $\alpha$ -Fe-Folie) wird oft als Eichabsorber für die Geschwindigkeitsskala verwendet. Bei der Isomerieverschiebung ist zu beachten, dass die thermische Bewegung der Atome eine zusätzliche temperaturabhängige Frequenzverschiebung verursacht. Die-

se kann mit der ersten relativistischen Korrektur des Dopplereffektes (quadratischer Dopplereffekt) beschrieben werden.

$$\hbar\omega = \hbar\omega_0 \left(1 - \frac{v^2}{c^2}\right)^2 = \hbar\omega_0 - \underbrace{\hbar\omega_0 \frac{v^2}{2c^2}}_{\text{erste relat. Korrektur}} + \dots \quad (2.35)$$

Eine Abschätzung für diesen Effekt ergibt eine Frequenzverschiebung pro Grad Celsius von

$$\frac{d\omega}{dT} = -\omega_0 \frac{C_{mol}(T)}{mc^2 2N_A} \quad (2.36)$$

dabei ist  $C_{mol}(T)$  die Molwärme,  $N_A$  die Avogadro Konstante und  $m$  die Masse des Korns.

### Elektrische Quadrupolaufspaltung $\Delta E_Q$

Eine elektrische Quadrupolaufspaltung liegt vor, wenn es zwischen einem nichtspärischen, deformierten Kern (mit Kernspin  $I \geq 1$ ) und einem elektrischen Feldgradienten (EFG) am Kernort zur Wechselwirkung kommt. Eine schematische Skizze zur Verdeutlichung der beteiligten Energieniveaus bei der elektrischen Quadrupolaufspaltung ist in Abb. 2.12 dargestellt.

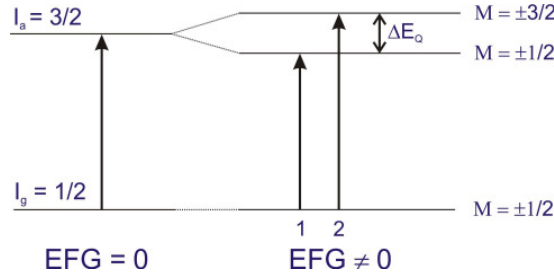


Abbildung 2.12: Schematische Skizze zur Verdeutlichung der Energieniveaus bei der elektrischen Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$ .

Es ergibt sich eine Aufspaltung der entarteten M-Zustände, die aber bei ungeraden  $I$  (z.B.  $I = 3/2$ ) nicht vom Vorzeichen von  $M$  abhängt. Bei einem axialen elektrischen Feldgradienten gilt für die energetische Lage der Kernniveaus:

$$E_Q = eQV_{zz} \cdot \frac{3M^2 - I(I+1)}{4I(2I-1)} \quad (2.37)$$

wobei  $e$  die positive Elementarladung,  $V_{zz}$  die z-Hauptkomponente des diagonalisierten EFG-Tensors,  $M$  die magnetische Quantenzahl der z-Komponente und  $I$  die Quantenzahl des Gesamtdrehimpulses des Kernzustandes ist. Für  $V_{zz}$  gilt bei einem

Asymmetrieparameter  $\eta := (V_{xx} - V_{yy})/V_{zz} = 0$ , (axialsymmetrischer EFG):

$$V_{zz} = (1 - \gamma_\infty) \cdot V_{zz}^{Gitter} + (1 - R_Q) \cdot V_{zz}^{Ion} \quad (2.38)$$

wobei  $(1 - \gamma_\infty)$ ,  $(1 - R_Q)$  Sternheimer Faktoren (die man in Tabellen findet),  $V_{zz}^{Gitter}$  der Gitteranteil und  $V_{zz}^{Ion}$  der Valenzbeitrag des EFG sind. Mit der Gleichung (2.37) ergibt sich eine elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta v$  im Mössbauerspektrum von:

$$\Delta v = \frac{c}{\hbar \omega_0} \cdot \Delta E_Q \quad (2.39)$$

Für die Intensitätsverhältnisse der beiden Resonanzlinien (Abb. 2.12) gilt beim Mössbauerübergang des  $^{57}\text{Fe}$ -Atoms, mit dem angeregtem Zustand  $|3/2, M_a\rangle$  und dem Grundzustand  $|1/2, M_g\rangle$ , unter Aussendung von reiner M1-Strahlung:

$$I_\gamma \sim |\langle 1/2, M_g | \mathcal{M}(M1) | 3/2, M_a \rangle|^2 \cdot \underbrace{F_{lm}(\theta)}_{\text{Winkelverteilungsfkt.}} \quad (2.40)$$

wobei der erste Teil das Kernmatrixelement mit dem M1-Multipoloperator  $\mathcal{M}(M1)$  und  $F_{lm}(\theta)$  die M1-Ausstrahlcharakteristik der  $\gamma$ -Strahlung beschreibt ( $\theta$  = Winkel zwischen  $\gamma$ -Strahlrichtung und Quantisierungsachse  $V_{zz}$ ). Das Kernmatrixelement lässt sich mit dem Wigner-Eckart-Theorem vereinfachen zu:

$$\langle I_g, M_g | T(l, m) | I_a, M_a \rangle = (-1)^{I_g - M_g} \underbrace{\begin{pmatrix} I_g & l & I_a \\ -M_g & m & M_a \end{pmatrix}}_{3j\text{-Symbol}} \underbrace{\langle I_g || T(l) || I_a \rangle}_{\text{reduz. Matrixelement}} \quad (2.41)$$

Hierbei ist  $T(l, m)$  ein sphärischer Tensoroperator  $l$ -ter Stufe und  $\langle I_g || T(l) || I_a \rangle$  das reduzierte Matrixelement, welches nicht mehr von den Komponenten  $M_g$ ,  $M_a$  und  $m$  abhängt. Dadurch sind die relativen Übergangswahrscheinlichkeiten zwischen zwei verschiedenen M-Werten von verschiedenen Niveaus einfach zu berechnen, da sie nur noch von den 3j-Symbolen abhängen. Es ergibt sich nun für die Linienintensität mit  $T(l, m) = \mathcal{M}(M1)$ ,  $I_g = \frac{3}{2}$ ,  $I_a = \frac{1}{2}$  und  $l = 1$  unter Weglassen des konstanten reduzierten Matrixelements:

$$I_\gamma \sim \underbrace{\begin{pmatrix} 3/2 & 1 & 1/2 \\ -M_g & m & M_a \end{pmatrix}}_{3j\text{-Symbol}} \cdot \underbrace{F_{lm}(\theta)}_{\text{Winkelverteilungsfkt.}} \quad (2.42)$$

Für  $l = 1$  und  $m = 0$  ist  $F_{10}(\theta) = \frac{1}{2} \sin^2 \theta$ , für  $l = 1$  und  $m = \pm 1$  gilt  $F_{1\pm 1}(\theta) = \frac{1}{4} (1 + \cos^2 \theta)$ . Das 3j-Symbol findet man in Tabellen, in Büchern der Quantenmechanik.



### **Zeeman-Aufspaltung**

Die Zeeman-Aufspaltung tritt auf, wenn das magnetische Dipolmoment eines Atomkerns mit einem Magnetfeld am Kernort wechselwirkt. Die magnetische Wechselwirkung wird mit dem Hamiltonoperator  $H_{magn} = -\boldsymbol{\mu} \cdot \mathbf{B}$  beschrieben. Dabei kann das Magnetfeld  $\mathbf{B}$  sowohl externen ( $\mathbf{B}_{ext}$ ) als auch internen ( $B_{inneres} \equiv B_{hf} = \text{Hyperfeinfeld}$ ) Ursprungs sein. Das magnetische Hyperfeinfeld kann von den zum Kern gehörenden atomaren Elektronenschalen, von den Elektronen aus dem Leitungsband, durch das Orbitalmoment des Mössbaueratoms oder von den magnetischen Momenten der Nachbaratome erzeugt werden und setzt sich aus diesen verschiedenen Beiträgen zusammen:

$$\mathbf{B}_{hf} = \underbrace{\mathbf{B}_{cp}}_{\text{Rumpfpolarisation}} + \mathbf{B}_{Leitungsel.} + \mathbf{B}_{Orbital} + \mathbf{B}_{Dipol} \quad (2.43)$$

wobei bei 3s-Metallen  $B_{cp}$  (engl.: **core polarisation**) dominant und  $B_{Orbital}$  klein ist. Die Rumpfpolarisation kommt durch eine Polarisation der s-Elektronen, hervorgerufen durch Austauschwechselwirkung der s-Elektronen mit 3d-Elektronen (3d-Moment der nicht abgeschlossenen d-Schale), zustande. Als Folge der Polarisation der s-Elektronen ist die elektronische Spindichte am Kernort nicht mehr gleich null. Dieser Effekt wird als Fermi-Kontakt-Wechselwirkung bezeichnet. So ist beispielsweise  $B_{cp}$  für ein einzelnes s-Elektron mit  $\gamma_e$  als gyromagnetischem Faktor,  $|\Psi(0)|^2$  als Aufenthaltswahrscheinlichkeit am Kernort und  $\mathbf{S}$  als Elektronenspin gegeben, durch ([22])

$$\mathbf{B}_{cp} = \frac{2}{3} \mu_0 \gamma_e |\Psi(0)|^2 \mathbf{S} \quad (2.44)$$

Das Hyperfeinfeld (oder auch ein von außen angelegtes Magnetfeld) führt zu einer äquidistanten Aufspaltung der Kernniveaus (siehe Abb. 2.15) mit der Zeemanenergie  $E_{magn} = -\frac{\mu}{I} B_z \cdot M$  ( $B_z =$  in z-Richtung liegendes Magnetfeld vom Betrag  $B$ ). Da nur Übergänge der M1-Strahlung mit  $\Delta M = 0, \pm 1$  erlaubt sind, hat der  $^{57}\text{Fe}$ -Kern sechs erlaubte Übergänge von  $E_a \rightarrow E_g$  mit folgender Übergangsenergie:

$$\begin{aligned} \hbar\omega(M_a \rightarrow M_g) &= \left( E_a - \frac{\mu_a}{I_a} M_a B \right) - \left( E_g - \frac{\mu_g}{I_g} M_g B \right) \\ &= \hbar\omega_0 - \left( \frac{\mu_a}{I_a} M_a - \frac{\mu_g}{I_g} M_g \right) B \end{aligned} \quad (2.45)$$

Damit folgt für die Resonanzgeschwindigkeiten der Linien des Sextetts bei sich bewegender Quelle (ohne Berücksichtigung der Isomerieverschiebung):

$$v_{res} = -\frac{c}{\hbar\omega_0} \left( \frac{\mu_a}{I_a} M_a - \frac{\mu_g}{I_g} M_g \right) B \quad (2.46)$$

Die relative Intensität der Sextett-Linien lässt sich wieder mit Gl. (2.42) berechnen. Es ergibt sich z.B. bei senkrechtem Gammastrahleinfall auf eine parallel zur Film-Flächennormalen magnetisierte Probe (d.h. für  $B \parallel \gamma$ -Strahl oder  $\theta = 0$ ) für die Übergänge  $|+\frac{1}{2}\rangle \rightarrow |+\frac{1}{2}\rangle$  und  $|-\frac{1}{2}\rangle \rightarrow |-\frac{1}{2}\rangle$ , die den Linien 2 und 5 des Sextetts entsprechen, ein  $I_\gamma$ -Wert von Null, da die Winkelverteilungsfunktion  $F_{10}(0^\circ)$  gleich null ist. Fällt der  $\gamma$ -Strahl senkrecht zum Fe-Film ein, so kann aus den gemessenen relativen Mössbauer-Linienintensitäten des aufgespaltenen Zeeman-Sextetts der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  der Fe-Spins (über die gesamte Probe gemittelt) [28] bestimmt werden, da Fe-Spin und magnetisches Hyperfeinfeld  $B_{hf}$  kollinear sind. Wenn  $\langle\theta\rangle$  der mittlere Verkipfungswinkel der Fe-Spins relativ zur Probenoberflächennormale ist, dann kann  $\langle\cos^2\theta\rangle$  aus dem gemessenen Verhältnis der integrierten Intensitäten (spektralen Flächen) 3:x:1:1:x:3 der Sextett-Linien (von links nach rechts gezählt) mit

$$\langle\cos^2\theta\rangle = \frac{4-x}{4+x} \quad \text{oder} \quad \langle\theta\rangle = \arccos \left[ \frac{4-x}{4+x} \right]^{1/2} \quad (2.47)$$

berechnet werden.

### Der prinzipielle Versuchsaufbau

Die Mössbauerspektroskopie eignet sich aufgrund der Hyperfeinwechselwirkung zur Untersuchung struktureller, chemischer und magnetischer Eigenschaften von Festkörpern, Oberflächen oder Grenzschichten zwischen dünnen Filmen. Am gebräuchlichsten ist die  $^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerspektroskopie. Man kann, wie in Abb. 2.13 schematisch gezeigt ist, zwei verschiedene experimentelle Anordnungen benutzen: Zum

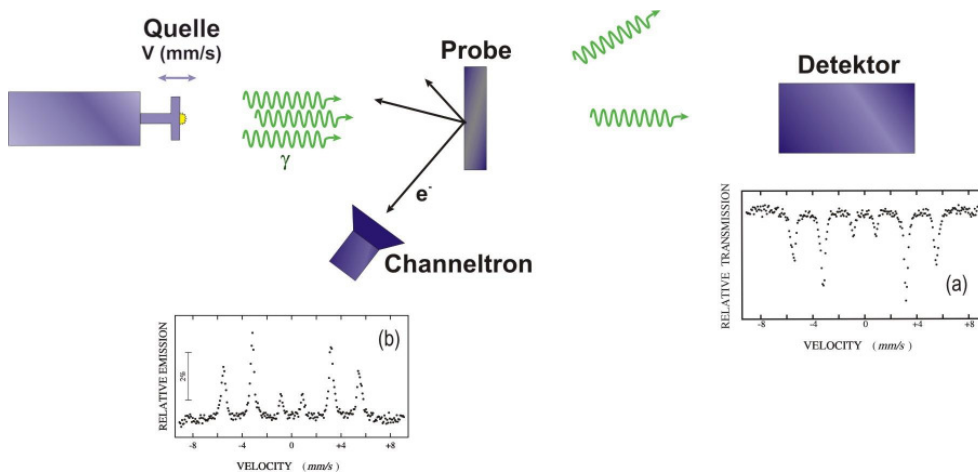


Abbildung 2.13: Schematischer Aufbau eines Mössbauerexperiments (a) in Transmissions-, (b) in Streugeometrie.

einen die Transmissionsgeometrie und zum anderen die Streugeometrie. Die Transmissionsgeometrie misst die Schwächung der  $\gamma$ -Strahlung nachdem Durchlaufen durch die Probe. Bei der Streugeometrie wird die  $\gamma$ -Fluoreszenzstrahlung, charakteristische Röntgenstrahlung oder die Konversionselektronen, die nach der kernresonanten Absorption und anschließender Kern-Abregung emittiert werden, gemessen. Im Vergleich zur Transmissionsgeometrie besitzt die Streugeometrie mit Konversionselektronen eine erhöhte Effizienz. Dies ist durch den Konversionskoeffizienten

$$\alpha := \frac{W(IC)}{W(\gamma)} \quad , \quad (2.48)$$

der das Verhältnis für die Wahrscheinlichkeit der Emission eines Konversionselektrons ( $W(IC)$ ) zur Wahrscheinlichkeit für die Emission eines  $\gamma$ -Quantes ( $W(\gamma)$ ) angibt, bedingt. Für  $^{57}\text{Fe}$  ist  $\alpha = 8.2$  (siehe auch [29]), und damit ist  $W(IC) > W(\gamma)$ . Die in dieser Arbeit gezeigten Spektren wurden alle in Rückstreugeometrie mittels der Konversionselektronen-Mössbauerspektroskopie (engl.: **C**onversion **E**lectron **M**össbauer **S**pectroscopy, CEMS) gemessen.

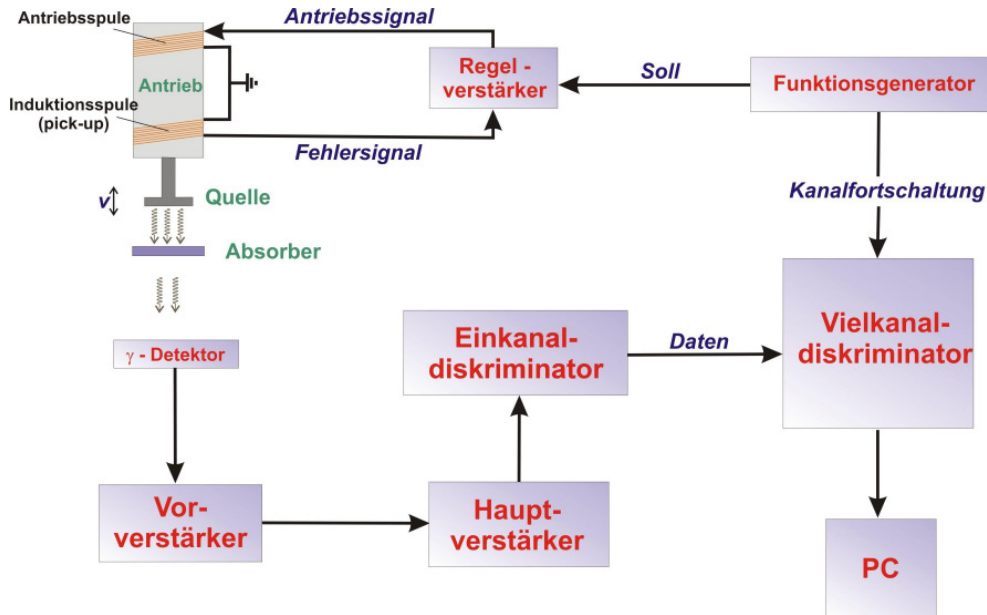


Abbildung 2.14: Blockschaltbild einer Mössbauerapparatur in Transmissionsgeometrie.

Das Blockschaltbild in Abb. 2.14 soll den Aufbau einer Mössbauerapparatur verdeutlichen. Dabei ist die Quelle an einem schwingfähigen System (Lautsprechermembran) angebracht, im Bild durch die Antriebsschule dargestellt. Nun wird ein Geschwindigkeits-Zeit-Profil (häufig Dreiecksform oder Sinusform) durch einen Funktionsgenerator vorgegeben. Ein Regelverstärker vergleicht das Ist-Signal, welches

die Induktionsspule liefert, mit dem Sollwert. Er regelt den Antrieb entsprechend der Abweichung vom Sollwert nach. Die die Probe durchlaufenden  $\gamma$ -Strahlen werden von einem Detektor nachgewiesen, die elektronischen Impulse verstärkt und die Zählrate über einen Einkanaldiskriminator in einen Vielkanalanalysator weitergegeben. Dessen Kanäle werden durch den Funktionsgenerator weitergeschaltet. Das Spektrum kann nun mit einem PC ausgelesen werden.

### Das Zerfallsschema von $^{57}\text{Co}$ - $^{57}\text{Fe}$

Bei einem  $^{57}\text{Fe}$ -Mössbauerexperiment zerfällt die radioaktive Quelle  $^{57}\text{Co}$  mit ei-

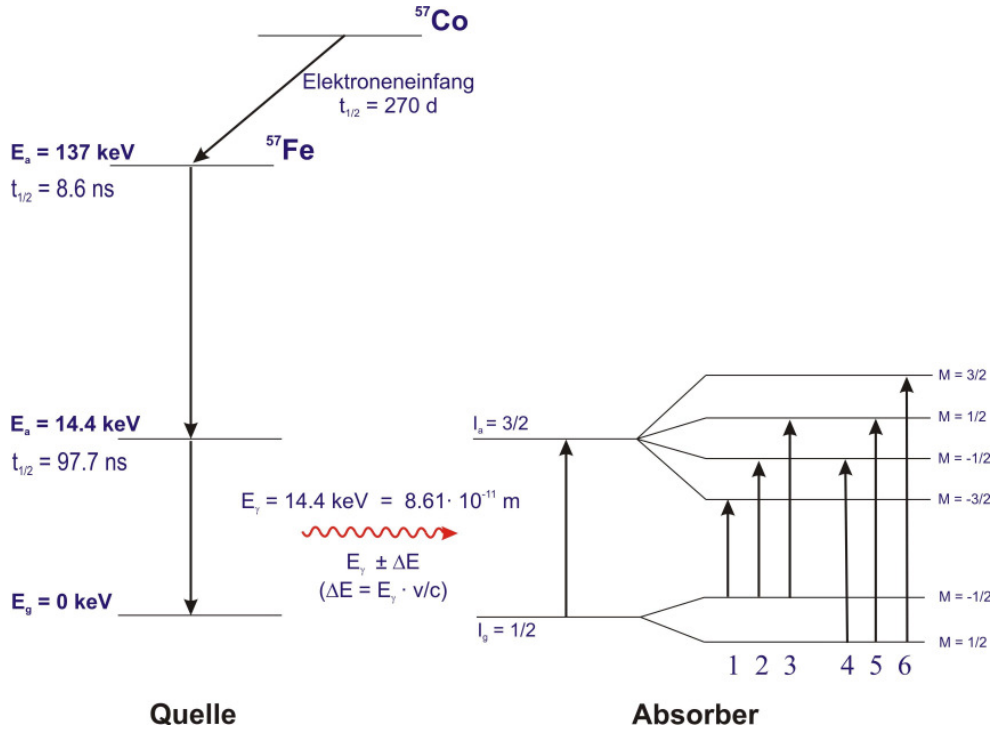


Abbildung 2.15: Zerfallsschema des  $^{57}\text{Fe}$ -Atoms.

ner Halbwertszeit  $t_{1/2}$  von 270 Tagen, unter Elektroneneinfang in den angeregten Zustand  $E_a$  des  $^{57}\text{Fe}$ -Kerns (Abb. 2.15). Dieser besitzt eine Halbwertszeit  $t_{1/2}$  von 8.6 ns. Zwischen der Halbwertszeit  $t_{1/2}$  und der mittleren Lebensdauer  $\tau_N$  besteht folgender Zusammenhang.

$$t_{1/2} = \ln 2 \cdot \tau_N \quad (2.49)$$

Der Kern zerfällt mit einer hohen Wahrscheinlichkeit ([23]) von ca. 85 % unter Aussendung eines  $\gamma$ -Quants mit der Energie  $E_\gamma = 121.9 \text{ keV}$  in den ersten angeregten Zustand  $E_a$ . Bedingt durch die mittlere Lebensdauer  $\tau_N$  von 141 ns dieses Zustandes folgt nach Gleichung (2.23) eine kleine natürliche Linienbreite von  $\Gamma = 4.7 \text{ neV}$  und somit eine extrem kleine relative Energieunschärfe  $\Gamma/E_0 \approx 3.3 \cdot 10^{-13}$ . Damit sind

die Bedingungen für  $^{57}\text{Fe}$ , die an eine Mössbauerquelle geknüpft sind, erfüllt und es wird der Übergang vom ersten angeregten Zustand  $E_a$  in den Grundzustand  $E_g$  des  $^{57}\text{Fe}$ -Kerns als Mössbauerlinie, welche eine Energie von  $E_0 := E_a - E_g = 14.4 \text{ keV}$  aufweist, gewählt.

### 2.6.2 SQUID-Magnetometrie

Ein Superconducting **Q**Uantum **I**nterference **D**evice (SQUID) ist zur Zeit das empfindlichste Gerät um magnetische Felder zu messen. Hier soll nur eine kurze Darstellung über die generelle Arbeitsweise gegeben werden, ausführlichere Beschreibungen findet man im Buch [30].

Handelt es sich um ein dc-SQUID, dann ist ein supraleitender Ring durch zwei Josephson-Kontakte unterbrochen. Bei einem Josephson-Kontakt werden zwei Supraleiter durch eine dünne nicht-supraleitende Barriere getrennt. Bei kleinen Strömen können die Cooper-Paare von einem zum anderen Supraleiter durch die Barriere tunneln. Wird aber der kritische Strom überschritten, brechen die Cooper-Paare in der Barriere auf und der Strom der entstandenen einzelnen Elektronen sorgt für einen Spannungsabfall. Wird das SQUID nahe des kritischen Stroms betrieben, reagiert die abfallende Spannung sehr empfindlich auf den eingeschlossenen Fluss. Die Fluss-Spannungs-Kennlinie ist periodisch mit einer Periode, die genau ein magnetisches Flussquantum (Flussquantum  $\Phi_0 = h/2e = 2.068 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$ ) beträgt. Daher können auch Flussänderungen bestimmt werden, die kleiner als ein Flussquantum sind.

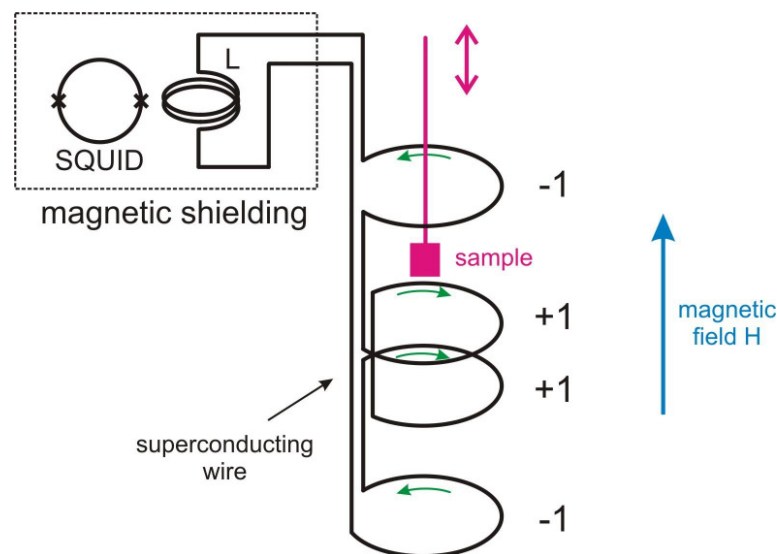


Abbildung 2.16: Schematische Abbildung eines Gradiometers und der Signalübertragung über eine Kopplungsspule  $L$  zum SQUID.

In einem SQUID-Magnetometer wird aber das magnetische Feld der Probe nur indirekt mit einem SQUID gemessen [31]. Dabei wird die Probe, wie in Abbildung 2.16 gezeigt, durch ein System von supraleitenden Spulen hindurch bewegt. Diese Spulen sind über supraleitende Leitungen mit einer Kopplungsspule  $L$  verbunden. Das von der Kopplungsspule erzeugte magnetische Feld wird nun vom SQUID gemessen. Wenn sich nun also eine Probe durch die Aufnehmerspulen bewegt, wird durch das magnetische Moment der Probe ein Induktionsstrom in den Aufnehmerspulen erzeugt. Dieser Induktionsstrom ändert den bereits vorhandenen Strom in dem supraleitenden Ring (bestehend aus Aufnehmerspulen, supraleitenden Verbindungskabeln und Kopplungsspule) und ist proportional zum magnetischen Fluss, der dann über die Kopplungsspule an das SQUID übertragen und dort gemessen wird. In der schematischen Darstellung aus Abbildung 2.16 handelt es sich bei der dort gezeigten Anordnung von Aufnehmerspulen um ein sogenanntes Gradiometer zweiter Ordnung. Die Anordnung der Aufnehmerspulen sorgt dafür, dass bei einem homogenen angelegten Feld sich die induzierten Ströme in den inneren Schleifen mit denjenigen in den äußeren Schleifen aufheben. Dadurch wird nur das Streufeld der durch die Schleifen bewegten Probe gemessen und nicht äußere Streufelder.

## 2.7 $^{57}\text{Fe}$ -Phononenspektroskopie

### Kernresonante inelastische Streuung von Synchrotronstrahlung (NRIXS)

Die kernresonante inelastische Streuung von Synchrotronstrahlung (engl.: **N**uclear **R**esonant **I**nelastic **X**-Ray **S**cattering, NRIXS) ist eine relativ junge Messmethode, da sie erst mit der Entstehung von Synchrotronstrahlungsquellen der dritten Generation möglich geworden ist. Erst diese besitzen bei den dafür erforderlichen hohen Energien noch einen genügend hohen Photonenfluss [32, 33]. Weitere Vorteile der Synchrotronstrahlung sind ihre geringe Strahlendivergenz, Zeitstruktur und Polarisation. Die theoretischen Grundlagen der inelastischen Kernresonanzabsorption wurden schon 1960 von K. S. Singwi und A. Sjölander [34] veröffentlicht. Bei NRIXS wird die simultane Anregung der Kernresonanz und der Gitterschwingung ausgenutzt. Aus dem gemessenen inkohärenten Streuspektrum der Anregungswahrscheinlichkeit für die Kernresonanzabsorption kann direkt die partielle Phononen-Zustandsdichte (engl.: **P**honon **D**ensity **O**f **S**tates, PDOS) bestimmt werden [35, 36]. Die PDOS geht in viele thermodynamische Eigenschaften von Festkörpern ein, wie z.B. die spezifische Wärmekapazität, die Schwingungsentropie oder den Debye-Waller-Faktor. Die NRIXS-Methode ist nur mit mössbauer-aktiven Isotopen möglich und daher isotopenspezifisch. Diese Eigenschaft lässt es zu, mittels NRIXS und der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichtmethode Phononenspektroskopie an  $^{57}\text{Fe}$ -Oberflächen und  $^{57}\text{Fe}$ -

haltigen vergrabenen Grenzflächen in Heterostrukturen zu betreiben [37, 38, 39]. Das am leichtesten zugängliche Mössbauerisotop ist  $^{57}\text{Fe}$ , welches auch hier in dieser Arbeit benutzt wurde. Der Erfolg der kernresonanten Streumethoden mit Synchrotronstrahlung basiert auch auf der Entwicklung von neuen apparativen Komponenten. Aufgrund der Zeitstruktur der gestreuten Strahlung waren Detektoren nötig, die es ermöglichen, zwischen den intensiven Pulsen der elektronisch gestreuten „prompten“ Synchrotron-Strahlung ( $10^9$  Photonen/s) die wesentlich geringere Zählrate der verzögerten Fluoreszenzstrahlung ( $\sim 10^4$  Photonen/s) nach Anregung der  $^{57}\text{Fe}$ -Kerne zu detektieren. Dies geschieht mit **Avalanche-Photo-Dioden** (APD), worüber ein Übersichtsartikel von Baron [40] existiert. Eine weitere wichtige Neuerung waren effiziente und durchstimmbare hochauflösende Monochromatoren (engl.: **high-energy-resolution monochromators**, HRM) mit einer Energieauflösung im meV-Bereich bei Photonenenergien im keV-Bereich [41].

Hier soll nur eine kurze Einführung in die Grundlagen der NRIXS gegeben werden. Für weitere Information wird auf einen Übersichtsartikel von W. Sturhahn [42], auf das von E. Gerdau und H. de Waard editierte Buch [43] und die Monographie von R. Röhlberger [44] verwiesen. Ein durch ein Photon angeregter Atomkern kann auf zwei Wege wieder in den Grundzustand übergehen: Zum einen durch Emission von Kern-Fluoreszenzstrahlung (Photonen) oder zum anderen durch Emission von Konversionselektronen. Dabei ist die relative Wahrscheinlichkeit für die Emission von Kern-Fluoreszenzstrahlung gleich  $1/(1 + \alpha)$ , wobei  $\alpha$  der Konversionskoeffizient ist ( $\alpha = 8.6$  bei  $^{57}\text{Fe}$  und  $E_0 = 14.4$  keV). Bei der kernresonanten Absorption kann die Energie  $E$  der einfallenden Synchrotron-Röntgenquanten die gleiche Energie haben wie die Übergangsenergie  $E_0$  oder aber eine dazu leicht verschobene Energie  $E$ . Im letzteren Fall wird die fehlende Energie  $E - E_0$  durch Vernichtung oder Erzeugung von Phononen geliefert. Man spricht auch von Phononen assistierter Kernresonanzabsorption. Eine negative Energiedifferenz ( $E - E_0 < 0$ ) bedeutet eine Vernichtung von Phononen und eine positive Energiedifferenz ( $E - E_0 > 0$ ) eine Erzeugung von Phononen.  $E - E_0$  entspricht also der Phononenenergie. Wenn jetzt der resonant angeregte Atomkern über innere Konversion zerfällt, wird die Energie vom Atomkern innerhalb der Kern-Lebensdauer  $\tau_N$  an ein Elektron in der Atomhülle (Konversionselektron) transferiert. Dieses Konversionselektron kann nun das Fe-Atom verlassen, gefolgt von (elektronischer) Röntgen-Fluoreszenzstrahlung des Fe-Atoms und/oder Auger-Elektronenemission. Die relative Wahrscheinlichkeit für diesen Kern-Zerfallskanal liegt bei  $\alpha/(1 + \alpha)$ . Für die meisten Mössbauerisotope ist  $\alpha > 1$ , und deshalb dominiert meistens der Kern-Zerfall über die innere Konversion, im Vergleich zum Zerfall über ein Gammaquant. Bei einer  $^{57}\text{Fe}$ -NRIXS-Messung wird die Intensität der aufgrund der Kernlebensdauer verzögerten Röntgenfluoreszenz-K-

Strahlung des Eisens bei 6.4 keV als Funktion der Energieverstimmung  $E - E_0$  des einfallenden Röntgenquants gemessen.

## Experiment

Für NRIXS-Experimente ist ein sogenannter Bunch-Modus der Synchrotronstrahlung erforderlich. Dies bedeutet, dass auf der Umlaufbahn innerhalb des Synchrotrons mehrere Elektronenpakete (Bunches) mit einem gewissen Abstand zueinander unterwegs sind. Die Standardzeitstruktur an der Advanced Photon Source des Argonne National Laboratories, USA, besteht aus 23 Bunches mit einem Zeitabstand von 153 ns. Dadurch ist nach Anregung der Kerne durch die Synchrotronstrahlung genügend Zeit, um die verzögerte Kernresonanzstrahlung ( $\tau_N = 141$  ns) zu detektieren, bevor dann durch den nächsten Synchrotronstahlpuls erneut die Kerne angeregt werden. Der Intensitätsverlauf der gestreuten Strahlung in Abhängigkeit der Zeit ist in Abbildung 2.17 schematisch gezeigt. Jeder Bunch erzeugt einen Synchrotronstrahlungspuls von etwa 70 ps Dauer bei einem Durchgang durch den Undulator.

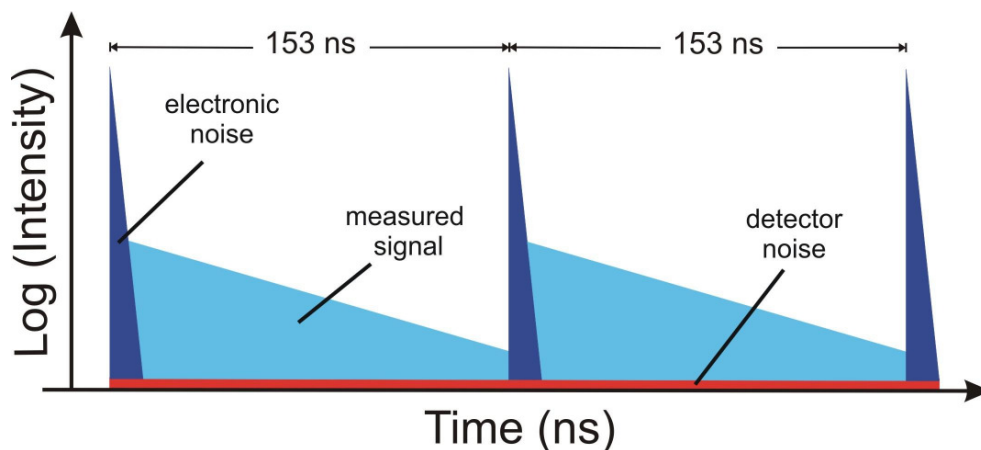


Abbildung 2.17: Intensität der gestreuten Strahlung in Abhängigkeit von der Zeit. *Electronic noise*: kurzlebige elektronische Streuung („prompt“); *measured signal*: verzögertes Signal durch langsame kernresonante Streuung; *detector noise*: Rauschen des APD-Detektors.

Der schematische Aufbau eines NRIXS-Experiments ist in Abbildung 2.18 dargestellt. Die aus dem Undulator einfallende Synchrotronstrahlung wird in zwei Schritten monochromatisiert. Zuerst wird das breite Spektrum der Synchrotronstrahlung in einem wassergekühlten Vormonochromator (PM) auf eine Bandbreite von wenigen eV gebracht. Danach wird dann mit einem hochauflösenden Monochromator (HRM) die Bandbreite der Synchrotronstrahlung auf 1 meV verringert, was einer Energieauflösung der NRIXS-Spektren von  $\Delta E = 1$  meV entspricht. Als HRM werden je zwei ineinandergeschachtelte Si-Einkristallpaare verwendet. Die äußeren Si-



Einkristalle benutzen als Braggische Reflexionsebene die  $\text{Si}(4\ 2\ 2)$ -Kristallebene und die inneren die  $\text{Si}(10\ 6\ 4)$ -Kristallebene. Hinter dem HRM durchläuft die Strahlung eine Ionisationskammer, die zur Kontrolle der Intensität der monochromatisierten Synchrotronstrahlung benutzt wird. Anschließend trifft die monochromatisierte Synchrotronstrahlung unter streifenden Einfall (einige mrad) auf die  $^{57}\text{Fe}$ -haltige Probe. In der Probe kommt es nun unter Erzeugung und Vernichtung von Phononen (inelastischer Prozess) zur kernresonanten Absorption eines einfallenden Photons. Die sekundäre Röntgenfluoreszenzstrahlung des Fe wird nun durch eine Avalanche-Photodiode (APD) (Detektor #1) detektiert. Der Detektor #1 soll die gestreute Strahlung über einen großen Raumwinkel messen und wird deshalb sehr nahe ( $\approx 1\text{ mm}$ ) an der Probe positioniert. Der andere APD Detektor #2 soll die elastisch vorwärtsgestreute Strahlung messen und wird in großer Entfernung zur Probe befestigt. Die gestreute Strahlung, die die beiden Detektoren messen, entsteht durch unterschiedliche Streuprozesse. Im ersten Detektor #1 wird die Intensität der inkohärenten K-Röntgenfluoreszenzstrahlung des Eisens (6.4 keV) nach elastischen  $[(E - E_0) = 0]$  und unelastischen  $[(E - E_0) \geq 0]$  Streuprozessen gemessen, die über den Raumwinkel  $4\pi$  als Kugelwelle emittiert wird. Elastische resonante Kernstreuung (Detektor #2) wird ohne Wechselwirkung mit Phononen gestreut, wohingegen bei der inelastischen resonanten Kernstreuung eine Wechselwirkung mit Phononen stattgefunden hat. Im Detektor #2 wird die kohärente, in Vorwärtsrichtung elastisch gestreute Strahlung gemessen. Dieser ist weit von der Probe entfernt, um den Anteil von inkohärenter gestreuter Strahlung stark zu unterdrücken. Da der quantenmechanische Zustand vor und nach dem elastischen Streuvorgang der gleiche ist, kann die Kernstreuung als kollektiver Streuvorgang des Kristalls angesehen werden und besitzt in Vorwärtsrichtung ein Maximum. In Abbildung 2.18 unten links sind auch noch typische Messdatenverläufe, die die beiden Detektoren messen, gezeigt. Dort sind die gemessenen Intensitäten der inkohärenten (Detektor #1) und der kohärenten (Detektor #2) gestreuten Strahlung als Funktion der einfallenden Strahlungsenergie  $(E - E_0)$  aufgetragen. Die auf die Probe einfallende Strahlungsenergie kann durch die Winkelposition der einzelnen Kristalle im HRM zueinander verändert werden.

## Theorie

Um die partielle Phononenzustandsdichte  $g(E)$  zu bestimmen, wird die Fläche des gemessenen NRIXS-Spektrum zunächst mittels der Lipkinschen Summenregel [46, 47] normiert. Nachdem anschließend der zentrale elastische Peak abgezogen wurde, kann das Spektrum in Ein-, Zwei- und Mehrphononenterme zerlegt werden. Dieses geschieht mit dem Computerprogramm PHOENIX [48]. Die normierte

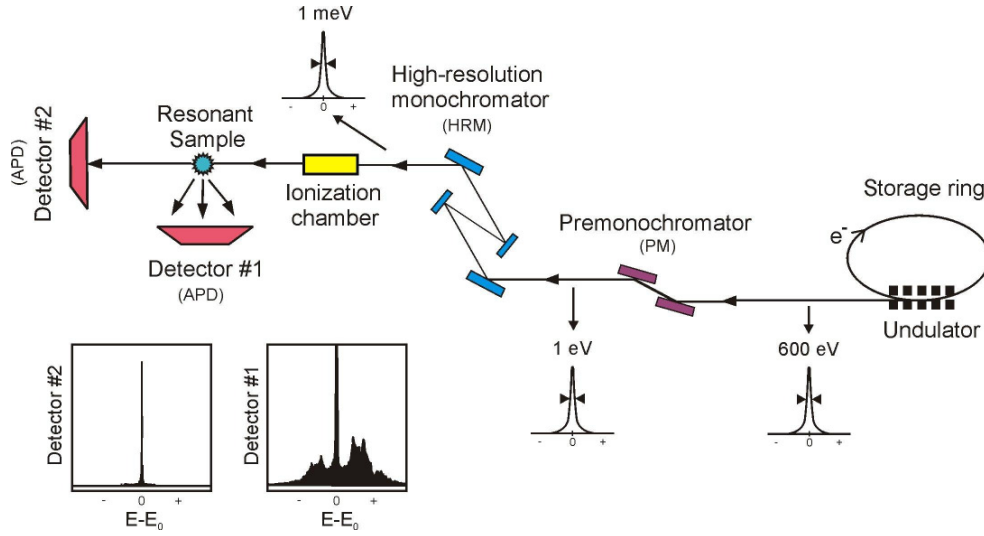


Abbildung 2.18: Schematischer Aufbau eines NRIXS-Experiments und die typischerweise gemessenen Intensitäten der inkohärenten (Detektor #1) und der kohärenten (Detektor #2) gestreuten Strahlung als Funktion der einfallenden Strahlungsenergie. (aus [45])

Wahrscheinlichkeit für inelastische Kernresonanzabsorption  $W(E)$  kann mit einer Multiphononenentwicklung berechnet werden:

$$W(E) = f_{LM} \left( \delta(E) + \sum_{i=1}^{\infty} S_n(E) \right) \quad (2.50)$$

Dabei wurde die Energiedifferenz  $(E - E_0)$  durch das Symbol  $E$  (= Phononenenergie) ersetzt.  $f_{LM}$  ist der Lamb-Mössbauer-Faktor, und die Dirac'sche  $\delta$ -Funktion beschreibt den elastischen Teil der Absorption (Nullphononenterm). Der  $n$ -te Summenterm  $S_n$  repräsentiert die inelastische Absorption unter Erzeugung (bzw. Vernichtung) von  $n$  Phononen. Der Einphononenterm  $S_1(E)$  ist durch

$$S_1(E) = \frac{E_R \cdot g(|E|)}{E \cdot \left( 1 - \exp\left(-\frac{E}{k_B T}\right) \right)} \quad (2.51)$$

gegeben. Er ist direkt proportional zur Zustandsdichte  $g(E)$  ( $E > 0$ ). Dabei ist  $E_R$  die Rückstoßenergie eines freien Atoms,  $k_B$  die Boltzmannkonstante und  $T$  die Temperatur. Die Rückstoßenergie ist

$$E_R = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} \quad (2.52)$$

wobei  $m$  die Masse des Mössbauer-Atoms und  $k$  der Wellenvektor des  $\gamma$ -Quants ist. Die Nachfolgenden Summenterme mit  $n \geq 2$  können in harmonischer Näherung mit

folgender Rekursivfolge gefunden werden:

$$S_n(E) = \frac{1}{n} \int_{-\infty}^{\infty} S_1(E') S_{n-1}(E - E') dE' \quad (2.53)$$

Die normierte Phononenzustandsdichte  $g(E)$  eines Festkörpers ist allgemein gegeben durch

$$g(E) = V_0 \frac{1}{(2\pi)^3} \sum_j \int d\mathbf{q} \delta[E - \hbar\omega_j(\mathbf{q})] \quad , \quad (2.54)$$

wobei  $V_0$  das Volumen der Einheitszelle ist. Die Summe geht über alle Zweige der Dispersionsrelation  $\hbar\omega_j(\mathbf{q})$  mit dem Phononenimpuls  $\mathbf{q}$ . Das Integral erstreckt sich über die erste Brillouin Zone. ( $E$  ist hier wieder die Phononenenergie).

Bei einer bestimmten Photonenenergie  $E$  (die jetzt wieder das Symbol  $E$  bekommt!) steht die gemessene NRIXS-Intensität  $I_+$  bei der Energie  $+(E - E_0)$  in einem genauen Verhältnis zur Intensität  $I_-$  bei der Energie  $-(E - E_0) = (E_0 - E)$ . Dieses Verhältnis entspricht dem Verhältnis der Wahrscheinlichkeiten für Phononenerzeugung und Phononenvernichtung, welches durch den Boltzmann-Faktor  $\exp\left(\frac{|(E-E_0)|}{k_B T}\right)$  gegeben ist. Dies führt zu einer Asymmetrie im NRIXS-Spektrum, da die Phononenerzeugung eine grössere Wahrscheinlichkeit besitzt als die Phononenvernichtung, was bei tiefen Temperaturen besonders deutlich wird. Dieses ist auch leicht verständlich, da bei tiefer Temperatur kaum Phononen angeregt sind, die vernichtet werden könnten.



# Kapitel 3

## Dünne Eisenfilme auf InAs(001)

### 3.1 Einleitung

Das System Fe/InAs(001) ist interessant, weil es sich um eines der Ferromagnet/Halbleiter-Systeme handelt, welches aus fundamentaler Sicht für potenzielle Spin-elektronik-Bauelemente Bedeutung erlangen könnte [1]. Um diese Bauelemente gezielt herzustellen, ist das Verständnis und die Kontrolle der Spininjektion, der Spindetektion und des spinabhängigen Transports in den Ferromagnet/Halbleiter-Heteroschichtsystemen von fundamentaler Bedeutung [2]. Dazu ist es wichtig, dass die Grenzfläche zwischen dem Ferromagneten und dem Halbleiter sauber, gut geordnet und mit hohen magnetischen Momenten behaftet ist. In diesem Kapitel geht es hauptsächlich um das Wachstum und die Struktur dünner Eisenfilme auf InAs(001) und um die Beschaffenheit und Eigenschaften der Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche. Letztere ist gemäß der theoretischen Arbeit von Zwierzycki et al. [4] extrem wichtig für das Gelingen der Spininjektion von Eisen in InAs(001). Nach Zwierzycki et al. ist nämlich eine atomar glatte Fe/InAs(001)-Grenzfläche ohne atomare Interdiffusion eine wichtige Voraussetzung für einen hohen Spininjektionsgrad. Dazu sei auch schon hier auf das Kapitel 4 verwiesen, in dem es um die spinpolarisierte Injektion von Elektronen aus einem Eisenfilm in p-InAs(001) geht. Nach der Arbeit von Dowben und Skomski [3] könnten Fe, Co und Ni-Kontakte sogar für die Spininjektion effizienter sein als Halbmetalle mit einer „idealen“ Spinpolarisation, von 100 %.

In diesem Kapitel soll nun über das Wachstum (Unterkapitel 3.2), die lokalen magnetischen Hyperfein-Eigenschaften (Unterkapitel 3.3) und über die Phononenzustandsdichte (Unterkapitel 3.4) von dünnen epitaktischen Fe(001)-Filmen, gewachsen auf sauberen InAs(001)-(4×2) Oberflächen, berichtet werden. Für die strukturellen Untersuchungen wurde Elektronenbeugung und Röntgendiffraktometrie eingesetzt. Um die lokalen magnetischen Eigenschaften mit der isotoopen-selektiven

CEMS-Methode zu bestimmen, wurden  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten in verschiedenen Abständen von der Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche aufgedampft. Mittels  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten ist es auch gelungen die gitterdynamischen Eigenschaften der  $^{57}\text{Fe}$ -Atome direkt an der Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche zu bestimmen. Dazu wurde die kernresonante inelastische Streuung von Synchrotronstrahlen (NRIXS) an einer nur vier Monolagen (ML) dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, die direkt an der Grenzfläche deponiert war, benutzt.

### 3.2 Wachstum und strukturelle Eigenschaften: AES, RHEED, LEED

Zum epitaktischen Wachstum und zu den magnetischen Eigenschaften von Fe(001)/InAs(001) existieren schon zahlreiche Veröffentlichungen ([49] - [64]). Dadurch, dass bcc-Fe ( $a_{\text{Fe}} = 2.866 \text{ \AA}$ ) und InAs ( $a_{\text{InAs}} = 6.058 \text{ \AA}$ ,  $a_{\text{InAs}}/2 = 3.029 \text{ \AA}$ ) einen großen Unterschied in den Gitterkonstanten mit einem Gitterfehlpass von -5.4 % haben, kommt es direkt an der Grenzfläche zu einem gedehnten Fe(001)-Film auf InAs(001). Trotz dieser relativ großen Gitterfehlanpassung ist es möglich, epitaktisches Fe(001)-Wachstum auf der In-terminierten InAs(001)-(4×2)-Oberfläche bei einer Substrattemperatur  $T_S$  von 175 °C zu bekommen, wie von Xu et al. [49] gezeigt wurde. Dabei wächst der Fe-Film am Anfang im dreidimensionalen (3D) Wachstumsmodus auf, wobei die Nukleation der Fe-Inseln zwischen den Indium-Dimeren stattfindet. Von Knepe et al. [62] wurden mittels STM-Untersuchungen geordnete kettenförmige Fe-Inselstrukturen beim anfänglichen Wachstum von Fe auf der In-terminierten InAs(001)-(4×2)/c(8×2)-Oberfläche beobachtet. Dabei wurden Wachstumstemperaturen von Raumtemperatur (RT) bis 200 °C untersucht. Beim Erreichen einer kritischen Fe-Bedeckung fangen die unabhängig voneinander gewachsenen 3D Fe-Inseln an zu perkolieren. Diese Fe-Inselketten liegen parallel zu der [110]-Richtung und führen nach [50, 53] bei RT zu einem Übergang vom Superparamagnetismus zu langreichweitiger ferromagnetischer Ordnung. In der Literatur wird die dafür kritische Fe-Bedeckung mit 3.5 ML angegeben. Des weiteren ist beobachtet worden, dass die InAs-Oberfläche nicht stabil ist, selbst nachdem ein Fe-Film bei einer Wachstumstemperatur von RT aufgebracht wurde. Von Schieffer et al. [58] wurde beobachtet, dass vorwiegend In-Atome von der InAs-Oberfläche ausgeschieden und teilweise in den wachsenden Fe-Film eingebaut werden. Andererseits wurde von Ruppel et al. [57] beobachtet, dass eine dünne Eisenarsenid-Schicht auf dem wachsenden Fe-Film aufschwimmt. Allerdings wurden Fe-As-Verbindungen von Teodorescu et al. ([54] - [56]) auch an der Grenzfläche gefunden.

Die Proben in der vorliegenden Arbeit wurden alle wie folgt hergestellt. Die Präparation geschah in dem in Kapitel 2.3 beschriebenen UHV-System mit einem Basisdruck von  $\leq 1.4 \cdot 10^{-10}$  mbar. Als Substrate wurden sowohl nominell undotierte als auch p-dotierte InAs(001)-Wafer mit der Kennzeichnung „epi-ready“ von der Fa. CrysTec GmbH Kristalltechnologie (Germany) oder von der Fa. Wafer Technology Ltd. (UK) verwendet. Diese Wafer wurden in ca.  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  große Stücke geschnitten. Vor dem Einschleusen in die UHV-Anlage wurden diese Stücke zuerst mit Aceton und dann mit 2-Propanol gereinigt und anschließend mit gasförmigem  $\text{N}_2$  abgesprüht.

Nach dem Einschleusen wurde die Substratoberfläche mit AES untersucht. Es zeigte sich, dass sich neben Indium- und Arsen-Atomen auch noch Sauerstoff- und Kohlenstoff-Verunreinigungsatome auf der Oberfläche befanden. Um eine saubere InAs(001)-Oberfläche zu bekommen war es nötig, die Sauerstoff- und Kohlenstoffatome zu desorbieren. Dazu wurde das von Kendrick et al. [64] beschriebene Verfahren benutzt. Dabei wurde die Probe zuerst im UHV erhitzt, damit die Sauerstoffatome von der InAs(001)-Oberfläche desorbieren. Dies geschah in unserer Anlage bei einer nominellen Temperatur von  $T_S \sim 520 \text{ }^\circ\text{C}$ , die für 1h konstant gehalten wurde. Anschließend wurden die verbliebenen Kohlenstoffatome mittels  $\text{Ar}^+$ -Ionenätzen entfernt. Dazu wurde die Substratoberfläche für 30 min bei einem Ar-Partialdruck von  $p_{\text{Ar}} = 5.5 \cdot 10^{-5}$  mbar, einer Substrattemperatur von  $T_S \sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$  und einem Emissionsstrom von 25 mA gesputtert. Um die durch das Sputtern verursachten Fehlstellen in der InAs(001)-Oberfläche wieder auszuheilen, wurde das Substrat anschließend noch einmal für 1h getempert, und zwar bei einer Temperatur, die um  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  höher lag als die Sauerstoff-Desorptionstemperatur von  $\sim 520 \text{ }^\circ\text{C}$ , also bei  $T_S \sim 540 \text{ }^\circ\text{C}$ . Der Erfolg der ersten beiden Schritte wurde jeweils mit AES überprüft, und in Abbildung 3.1 (f) ist ein gemessenes Auger-Elektronenspektrum einer sauberen InAs(001)-Oberfläche gezeigt. Es sind nur Peaks zu sehen, die den beiden Elementen In und As zugeordnet werden können. So sind die Peaks um  $\sim 400 \text{ eV}$  Indium und die Peaks um  $\sim 1200 \text{ eV}$  Arsen zuzuordnen. Wichtig bei dieser Messung ist, dass keine Peaks bei den maximalen charakteristischen Energien für Kohlenstoff bei  $275 \text{ eV}$  und für Sauerstoff bei  $510 \text{ eV}$  zu sehen sind und die InAs(001)-Oberfläche damit frei von Verunreinigungen durch andere Atome ist. Sollte sich nach dieser Präparation noch kein klares RHEED-Bild ergeben haben, wurde der letzte Schritt des Temperns wiederholt, bis das RHEED-Bild zufriedenstellend war.

In Abbildung 3.1 [(a)-(f)] sind Elektronenbeugungsbilder der sauberen InAs(001)-

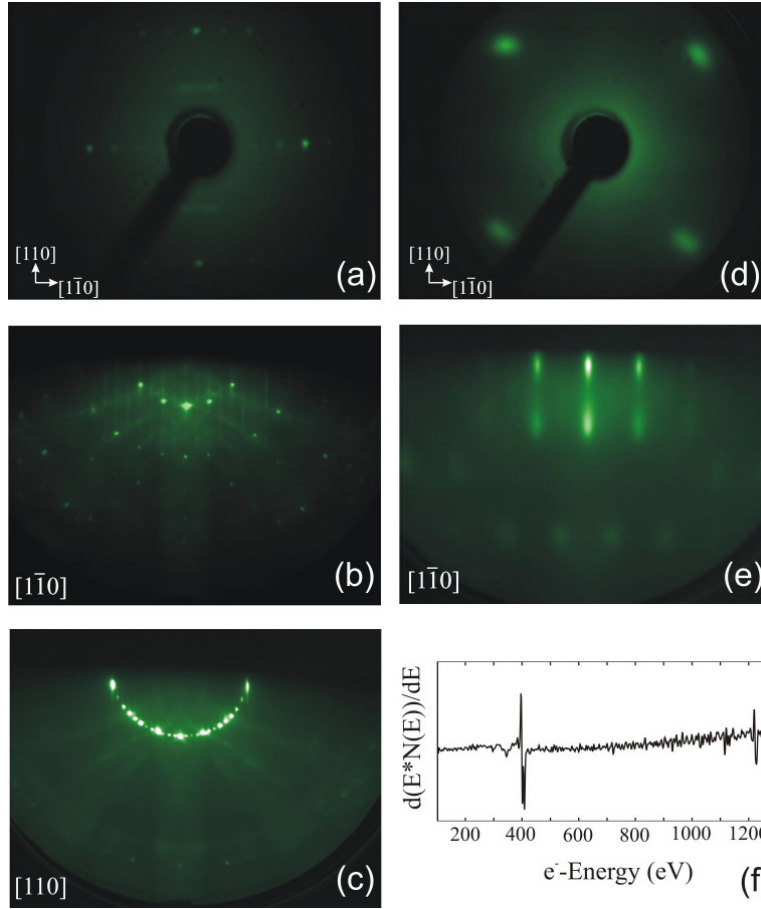


Abbildung 3.1: Elektronenbeugungsbilder der sauberen InAs(001)-Oberfläche: (a) LEED-Bild bei  $E = 44$  eV. (b) RHEED-Bilder bei  $E = 10$  keV,  $I_A = 20$   $\mu$ A entlang der  $[1\bar{1}0]$  Azimutrichtung und (c) entlang der  $[110]$  Azimutrichtung. (d) LEED-Bild bei 48 eV nach Aufdampfen eines 70-Å dicken Fe-Films. (e) RHEED-Bild bei 10 keV nach dem Aufdampfen eines 32.0 Å dicken Fe-Films, aufgenommen entlang der  $[110]$ -Azimutrichtung von InAs(001). (f) Auger-Elektronenspektrum der sauberen InAs(001)-Oberfläche.

Oberfläche [(a)-(c)] und eines aufgedampften Fe-Films [(d)-(e)] zu sehen. In Abbildung 3.1 (a) ist ein bei 44 eV aufgenommenes LEED-Bild gezeigt. Deutlich sind die fundamentalen Reflexe und sehr schwach einige Überstruktur-Reflexe zu erkennen. Dass nicht alle Rekonstruktionen der erwarteten  $(4 \times 2)$ -Überstruktur zu erkennen sind, war vorauszusehen, da die „besten“ LEED-Bilder (alle Überstrukturreflexe sind sichtbar!) bei InAs(001) häufig nur dann erhalten werden, wenn die InAs(001)-Oberfläche an Arsen verarmt ist. Dann sind aber mit dem STM an der InAs(001)-Oberfläche schon deutliche In-Cluster zu sehen [62]. Dies bedeutet, dass die „besten“ LEED-Bilder nicht gleichbedeutend mit der glattesten Oberfläche sind.

Anhand der RHEED-Bilder der sauberen InAs(001)-Oberfläche, die mit einer



Energie von  $E = 10$  keV und einem Emissionsstrom von  $I_A = 20 \mu\text{A}$  mit dem Elektronenstrahl einmal entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung [Abb. 3.1 (b)] und einmal entlang der  $[110]$ -Azimutrichtung [Abb. 3.1 (c)] aufgenommen wurden, ist die  $(4 \times 2)$ -Überstruktur gut zu erkennen. Die Anordnung der nahezu punktförmigen Reflexe auf einem Halbkreis lässt auf eine gut geordnete und atomar flache Oberfläche schließen. In der Abbildung 3.1 (d) ist das typische LEED-Bild eines 7.0 nm dicken Fe-Films zu sehen, welcher bei  $T_S = \text{RT}$  (Raumtemperatur) aufgedampft worden ist. Aus der Anordnung der Reflexe wird die Wachstumsrichtung  $\text{Fe}(001)\langle 100 \rangle \parallel \text{InAs}(001)\langle 100 \rangle$  bestätigt, welche auch schon von Schieffer et al. [58] ebenfalls bei  $T_S = \text{RT}$  und von Xu et al. [49, 51, 52] bei  $T_S = 175^\circ\text{C}$  gefunden worden war.

Abbildung 3.1 (e) zeigt ein typisches RHEED-Bild nach dem Aufdampfen eines 3.2 nm dicken Fe-Films. Es wurde bei einer Energie von  $E = 10$  keV und einem Emissionsstrom von  $I_A = 20 \mu\text{A}$  entlang der  $[1\bar{1}0]$  Azimutrichtung von  $\text{InAs}(001)$  aufgenommen. Die rechteckige Anordnung der Reflexe ist typisch dafür, dass der Eisenfilm epitaktisch mit dem Volmer-Weber-Wachstumsmodus (3D-Inselwachstum) aufgewachsen ist. Dies wurde auch schon früher von Xu et al. [49, 51, 52] bei einer Wachstumstemperatur von  $T_S = 175^\circ\text{C}$  beobachtet. Vergleichbare RHEED-Bilder konnten wir bei dem Wachstum von Fe-Filmen sowohl auf nominell undotiertem als auch auf p-dotiertem  $\text{InAs}(001)$  bei verschiedenen Substrattemperaturen von  $T_S = -125^\circ\text{C}$ ,  $\text{RT}$  und  $100^\circ\text{C}$  beobachten.

Während des Aufdampfens wurden RHEED-Bilder des Fe-Films entlang der beiden  $[1\bar{1}0]$ - und  $[110]$ -Azimutrichtungen mit einer CCD-Kamera in Echtzeit aufgenommen. Dadurch ist es möglich, die Veränderung der RHEED-Bilder mit der Schichtdicke des Fe-Films zu korrelieren, da die Aufdampfraten konstant waren. Diese Filme verdeutlichen zum einen den Effekt, dass RHEED-Reflexe im Anfangsstadium des Fe-Filmwachstums zunächst verschwinden, dann aber nach ca. 7 ML Fe-Bedeckung wieder erscheinen und dann eine für 3D-Inselwachstum typische rechteckige Anordnung aufweisen. Wahrscheinlich wird der Elektronenstrahl im Anfangsstadium des Fe-Filmwachstums so stark von den entstandenen Fe-Inseln gestreut, dass keine RHEED-Reflexe sichtbar werden. Eine andere mögliche Erklärung wäre, dass die Fe-Inseln im Anfangsstadium eine stark gestörte (eventuell amorphe) Struktur aufweisen. Erst nach etwa 7 ML (ca. 0.98 nm) Bedeckung ist der Fe-Film glatt genug bzw. besitzt eine geordnete Struktur, so dass es zu einer konstruktiven Überlagerung der gestreuten Elektronen kommt und damit zu RHEED-Reflexen. Durch den aufgenommenen Video-Film liegt uns eine Zeit- und damit dickenabhängige Veränderung der RHEED-Reflexe vor; dadurch ist es möglich, die planare Gitterkonstante in Abhängigkeit von der Schichtdicke des Fe-Films zu bestimmen. Dies wurde durch-

geführt, indem mit dem Programm EE2000 [65] ein Linienscan durch die Fe-Reflexe gelegt wurde und die Intensität in jedem Punkt der RHEED-Bilder in eine gesonderte Datei geschrieben wurde. Diese Datei wurde dann mit dem Computerprogramm P [66] weiter analysiert. Dies soll noch einmal mit der Abbildung 3.2 verdeutlicht werden. Dort sind RHEED-Bilder, die bei  $E = 10 \text{ keV}$ ,  $I_A = 20 \mu\text{A}$  entlang der  $[1\bar{1}0]$  Azimutrichtung von der sauberen InAs(001)-Oberfläche (Abb. 3.2 (a)) und nach dem Aufdampfen von  $4.2 \text{ nm } ^{\text{nat}}\text{Fe}$  (Abb. 3.2 (b)) aufgenommen wurden, gezeigt. Diese beiden RHEED-Bilder entsprechen dem ersten und dem letzten RHEED-Bild des aufgenommenen Films. Aus jedem der RHEED-Bildern des Films wurde nur der Bereich des roten Kästchen als eine Linie genommen. Die Linien aller aufgenommenen Bilder sind untereinander (in zeitlicher Reihenfolge) in Abb. 3.2 (c) als „line-scan“ zu sehen. Als Beispiel ist in Abb. 3.2 (d) die Intensitätsverteilung des 65-ten „line-Scans“ dargestellt.

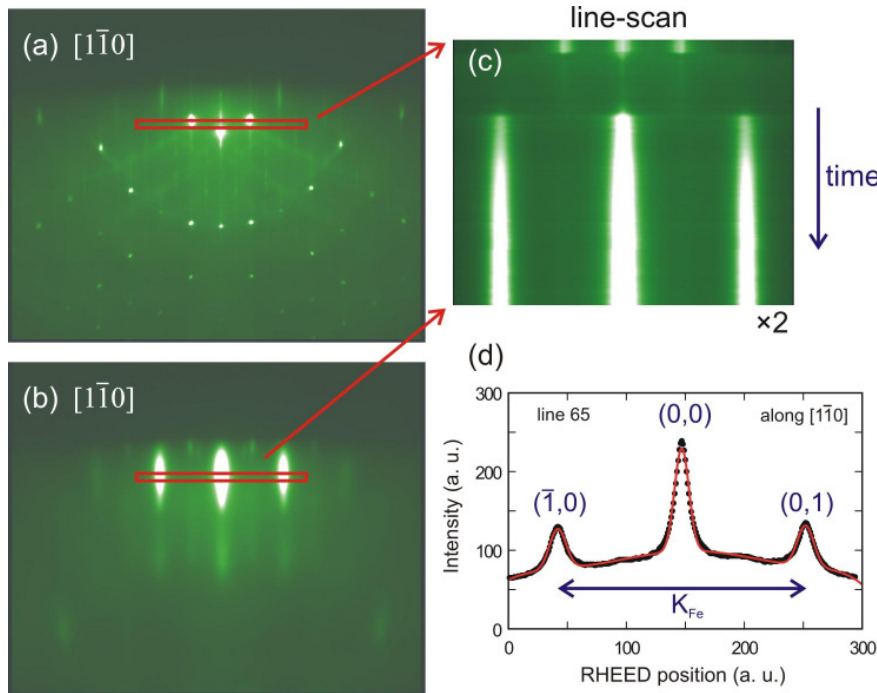


Abbildung 3.2: RHEED-Bilder, die bei  $E = 10 \text{ keV}$ ,  $I_A = 20 \mu\text{A}$  entlang der  $[1\bar{1}0]$  Azimutrichtung von der sauberen InAs(001)-Oberfläche (a) und nach dem Aufdampfen von  $4.2 \text{ nm } ^{\text{nat}}\text{Fe}$  (b) aufgenommen wurden. In (c) ist ein „line-scan“ in doppelter Größe zu sehen. Dort ist die Veränderung des RHEED-Bildes während des Aufdampfens im Ausschnitt (roter Kasten) mit der Zeit gezeigt. Dabei ist (a) das Anfangsbild und (b) das Endbild. In (d) ist als Beispiel die Intensitätsverteilung des 65-ten „line-Scans“ gezeigt.

Zur Datenauswertung wurde der Intensitätsverlauf jedes „line-scans“, der immer deutliche Peaks zeigte, mit einem Polynom fünften Grades für den Untergrund und

jeweils einer Gaußkurve für die drei Reflexe (0,0), ( $\bar{1}$ ,0) und (1,0) angepasst. Die durchgezogene rote Kurve in Abb. 3.2 (d) ist ein Beispiel für diese Anpassung. Auf diese Weise können relative Änderungen des Abstands der Peakpositionen im reziproken Raum als Funktion der Aufdampfzeit bzw. der Schichtdicke präzise gemessen werden. Da zwischen dem Abstand der RHEED-Reflexe im reziproken Raum der sauberen InAs(001)-Oberfläche  $R_{InAs} \equiv K_{InAs}$  bzw. der Fe(001)-Oberfläche während des Wachstums  $R_{Fe} \equiv K_{Fe}$  und der Gitterkonstanten in der Ebene senkrecht zur Elektroneneinstrahlrichtung  $a_{InAs}$  (bzw.  $a_{Fe}$ ) eine direkte Abhängigkeit (umgekehrte Proportionalität) besteht (siehe Gl. (2.22)), kann die Änderung der Gitterkonstanten während des Fe-Filmwachstums bestimmt werden. Für  $K_{Fe}$  wurde der Abstand der (1,0)- und ( $\bar{1}$ ,0)-Reflexe des Fe(001) und für  $K_{InAs}$  der Abstand der (1,0)- und ( $\bar{1}$ ,0)-Reflexe des InAs(001) gemessen. In Abbildung 3.3 (a) ist zum einen die der Literatur entnommene [62] Eiseninseldichte pro 100 nm<sup>2</sup> (Kreise, linke Skala) als Funktion der Eisenbedeckung und zum anderen die hier gemessene relative Änderung  $K_{Fe}/2 - K_{InAs})/K_{InAs}$  [%] des Reflexabstands entlang der beiden Azimutrichtungen  $[1\bar{1}0]$  (offene Dreiecke) und  $[110]$  (volle Dreiecke) in Abhängigkeit von der Fe-Bedeckung aufgetragen. In Abbildung 3.3 (b) sind noch einmal die gleichen Werte für die Eiseninseldichte pro 100 nm<sup>2</sup> (Kreise, linke Skala), diesmal aber zusammen mit der planaren absoluten Fe-Gitterkonstanten, die aus dem relativen in (a) mit  $a_{InAs} = 6.058$  Å berechnet wurde. Die Ergebnisse für die Eiseninseldichte stammen aus der Gruppe von Prof. Dr U. Köhler (Ruhr-Universität Bochum) und wurden mit dem STM bestimmt [62]. Da die Schwingquarze in Bochum nicht mit Kleinwinkleröntgenbeugung (wie hier), sondern mit Rutherford-Rückstreuung kalibriert worden waren, wurde die Filmdicke einer Vergleichsprobe mit beiden Methoden bestimmt, um die Schichtdickenkalibrierung anzugleichen. In Abbildung 3.3 (a) (rechte Ordinate) ist die relative Änderung  $(K_{Fe}/2 - K_{InAs})/K_{InAs}$  [%] des Reflexabstands entlang der beiden Azimutrichtungen  $[1\bar{1}0]$  und  $[110]$  in Abhängigkeit von der Fe-Bedeckung aufgetragen. Es ist  $K_{Fe}/2$  genommen worden, da die Fe-Gitterkonstante  $a_{Fe}$  ungefähr halb so groß ist wie die InAs-Gitterkonstante  $a_{InAs}$ . Abb. 3.3 (b) zeigt die absolute planare Gitterkonstante der Fe-Schicht als Funktion der Fe-Bedeckung, wobei zur Umrechnung aus Abb. 3.3 (a) der Literaturwert für die Gitterkonstante von InAs ( $a_{InAs} = 6.058$  Å) genommen wurde. In Abb. 3.3 (b) ist deutlich zu erkennen, dass anfänglich eine starke Fe-Gitterverzerrung vorliegt, die mit zunehmender Fe-Bedeckung asymptotisch zum Wert  $a_{Fe} = 2.866$  Å von bulk Fe geht.

In Abb. 3.3 (a) zeigen die beiden Azimutrichtungen ein deutlich unterschiedliches Relaxationsverhalten. Dies wurde auch schon von Xu et al. [52] gefunden, allerdings im Vergleich zu Abb. 3.3 (a) mit vertauschten Azimutrichtungen. Außerdem wurde bei kleinen Bedeckungen mittels STM in der Literatur [62] anisotropes

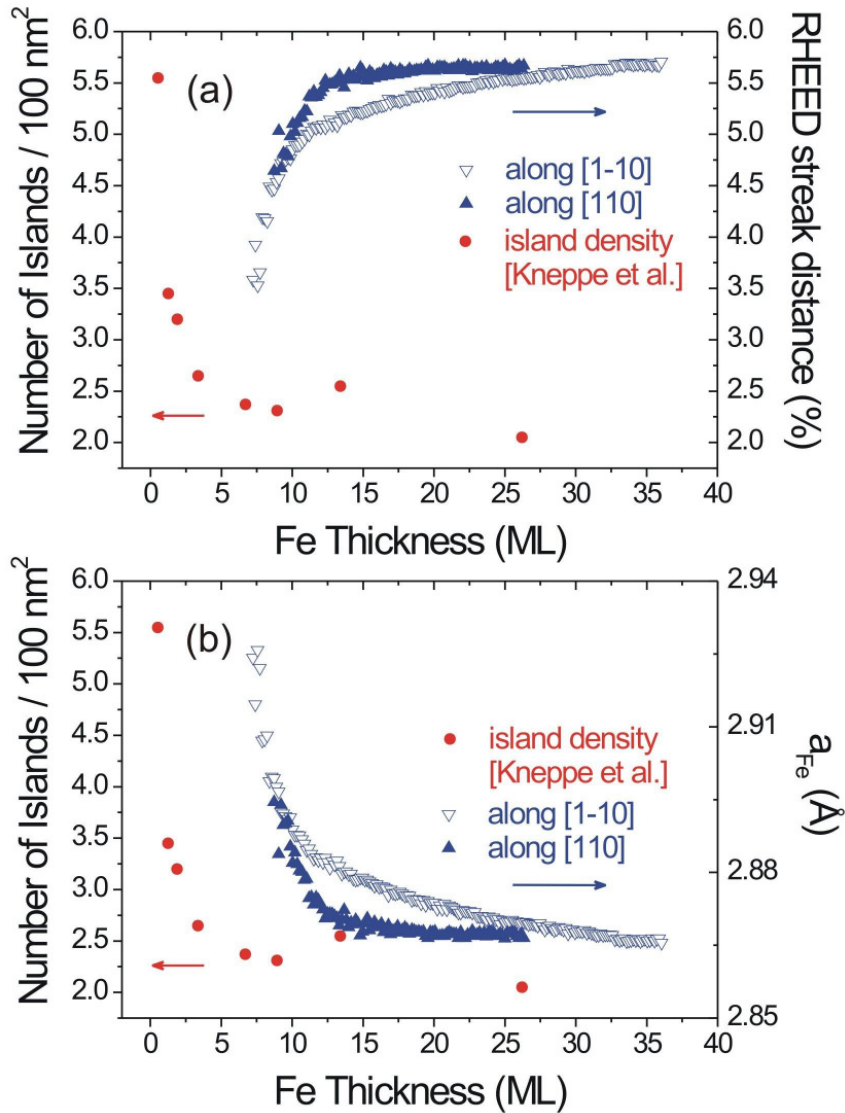


Abbildung 3.3: Mittels STM bestimmte Flächendichte von 3D Fe-Inseln [62] mit wachsender Fe-Bedeckung bei RT (linke Skala in (a) und (b), Kreise) und die hier gemessene relative Änderung des RHEED-Reflexabstandes ( $K_{Fe}/2 - K_{InAs})/K_{InAs}$  (rechte Skala in (a)) sowie die daraus berechneten planaren absoluten Fe-Gitterkonstanten (rechte Skala in (b)) für die beiden Elektroneneinstrahlrichtungen entlang der  $[1\bar{1}0]$ - (offene Dreiecke) und der  $[110]$ - (volle Dreiecke) Azimutrichtungen. Es wird deutlich, dass die Sättigung der Eiseninseldichte bei ca. 7 ML Fe korreliert ist mit dem abrupten Erscheinen von RHEED-Reflexen bei ca. 7 ML Fe.

Wachstum der Fe-Inseln beobachtet: Die Fe-Inseln wachsen anfänglich bevorzugt in Ketten entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Richtung der InAs(001)- $(4\times 2)$ -Oberfläche. Im Vergleich zu STM-Daten [62] verläuft die Relaxation der Fe-Gitterkonstanten senkrecht zu

den Fe-Inselketten, d.h. in der Azimutrichtung  $[110]$  (geschlossene Dreiecke) ziemlich schnell, während die Relaxation parallel zu den Fe-Inselketten, d.h. in Azimutrichtung  $[1\bar{1}0]$  (offene Dreiecke) deutlich langsamer verläuft. Wahrscheinlich ist die Gitterrelaxation senkrecht zu den  $[1\bar{1}0]$ -Fe-Inselketten relativ frei und unbehindert, so dass das Gitter der Fe-Inseln in  $[110]$ -Richtung schneller relaxieren kann. Andererseits ist die Gitterverspannung, die durch die InAs(001)-Oberfläche in die Eiseninseln induziert wird, in  $[1\bar{1}0]$ -Richtung (parallel zu den Eiseninseln) länger vorhanden und setzt sich auch in den Eiseninseln weiter fort. Weiterhin fällt auf, dass die Sättigung der Eiseninseldichte ungefähr dort beginnt, wo die Fe-RHEED-Reflexe abrupt erscheinen. Dies geschieht bei einer Bedeckung von ca. 7 ML. Mit zunehmender Fe-Bedeckung wird die Änderung der planaren Fe-Gitterkonstanten immer kleiner (Abb. 3.3 (b)) bis sie ab ca. 20 ML (für  $[110]$ ) bzw. 32 ML für ( $[1\bar{1}0]$ ) nahezu konstant wird.

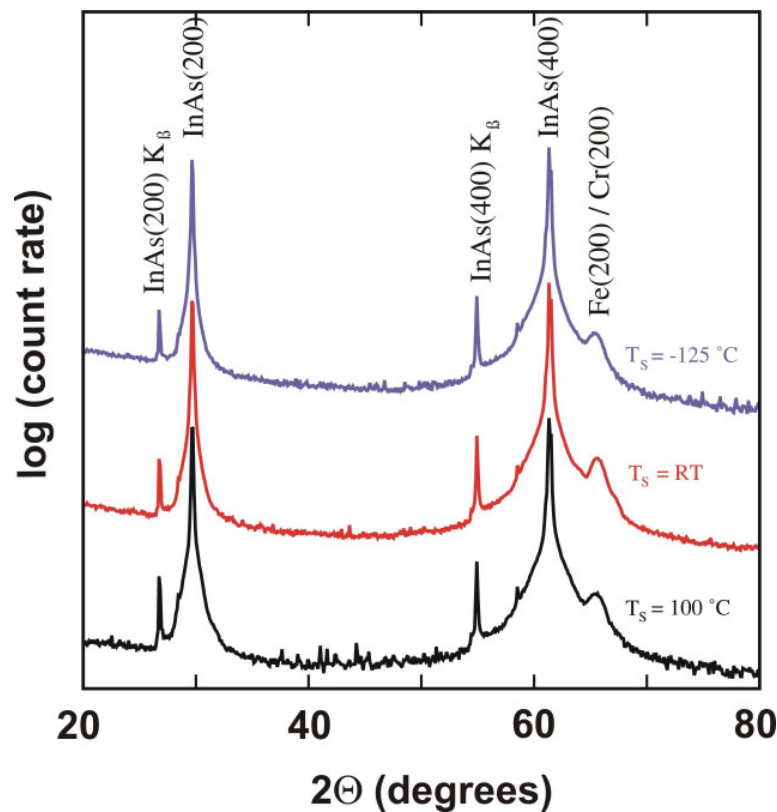


Abbildung 3.4: Weitwinkel-XRD-Diagramme von 6.16 nm dicken Fe-Filmen (abgedeckt mit Cr) auf InAs(001), aufgewachsen bei verschiedenen Substrattemperaturen  $T_S = -125^\circ\text{C}$ , RT bzw.  $100^\circ\text{C}$ . ( $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung)

Nach der Herstellung der Proben im UHV-System wurden sie ex-situ mit Klein- und Weitwinkelröntgenbeugung untersucht. Ergebnisse der Weitwinkelröntgenbeugung sind in Abbildung 3.4 für 6.16 nm dicke Fe(001)-Filme gezeigt. Die Filme

wurden bei verschiedenen Substrattemperaturen  $T_S = -125\text{ °C}$ , RT und  $100\text{ °C}$  auf InAs(001) aufgewachsen und anschließend mit einer 5.6 nm dicken Cr(001)-Schutzschicht abgedeckt. Die gezeigten Röntgenbeugungsdiagramme sind typisch für die hergestellten Fe-Filme auf InAs(001). Da in dem Diagramm neben dem (200)- und dem (400)-Peak des InAs-Substrats nur noch der Fe(200)-Peak bzw. der mit diesem nahezu zusammenfallende Cr(200)-Peak zu sehen sind, liefert dies ein Indiz dafür, dass der Fe-Film und die Cr-Schutzschicht auf InAs(001) bei den untersuchten Temperaturen epitaktisch gewachsen sind. Leider sind der Fe(200)- und der Cr(200)-Peak schwer voneinander zu trennen. Zusätzlich wurde mit dem Ergebnis dieser Kleinwinkelröntgenbeugung die Schichtdicke der Proben nochmals kontrolliert, und diese Ergebnisse waren in guter Übereinstimmung mit den nominell über den Schwingquarz eingestellten Schichtdicken.

### 3.3 Magnetische Eigenschaften

#### 3.3.1 Korrelation von Gitterverzerrung und uniaxialer magnetischer Anisotropie

Aufgrund des mittels STM beobachteten stark anisotropen Wachstumsverhaltens der Eiseninseln auf InAs(001), gerade im Anfangsstadium des Wachstums [62], ist es nicht verwunderlich, dass auch die magnetischen Eigenschaften stark anisotrop sind. So wurde von Xu et al. [51] für Fe(001) auf InAs(001) eine starke magnetische Anisotropie bei Eisenbedeckungen unter 10 ML gefunden, mit der leichten Richtung entlang  $[1\bar{1}0]$ . Dies könnte an magneto-elastischen Effekten liegen [49, 52, 61, 63]. Eine starke anisotrope planare Gitterverzerrung wurde ja auch in der vorliegenden Arbeit gefunden (Abb. 3.3) mit einer großen Verzerrung entlang  $[1\bar{1}0]$  bei 10 ML Fe. Aber auch die Wachstumstemperatur spielt eine wichtige Rolle. So wird in der Arbeit von Yoh et al. [60] gezeigt, dass Fe-Filme, die bei  $T_S = 175\text{ °C}$  auf InAs(001) aufgewachsen wurden, eine erhöhte Grenzflächenreaktion sowie eine erhöhte Diffusion aus dem InAs-Substrat in den Fe-Film aufweisen im Vergleich zu bei  $T_S = 23\text{ °C}$  aufgewachsenen Filmen. Dabei ergaben die bei  $23\text{ °C}$  gewachsenen Fe-Filme eine größere Spinpolarisation bei elektrischer Spininjektion.

In Abb. 3.5 ist schematisch die Lage der Eiseninseln entlang einer Kette gezeigt. Des weiteren sind die von Xu et al. mit MOKE [52] und von Toliński et al. [61] mit FMR ermittelte magnetisch harte Richtung  $[110]$  bzw. leichte Richtung  $[1\bar{1}0]$  eingezeichnet. Die magnetisch harte Richtung ist die gleiche Richtung, bei der

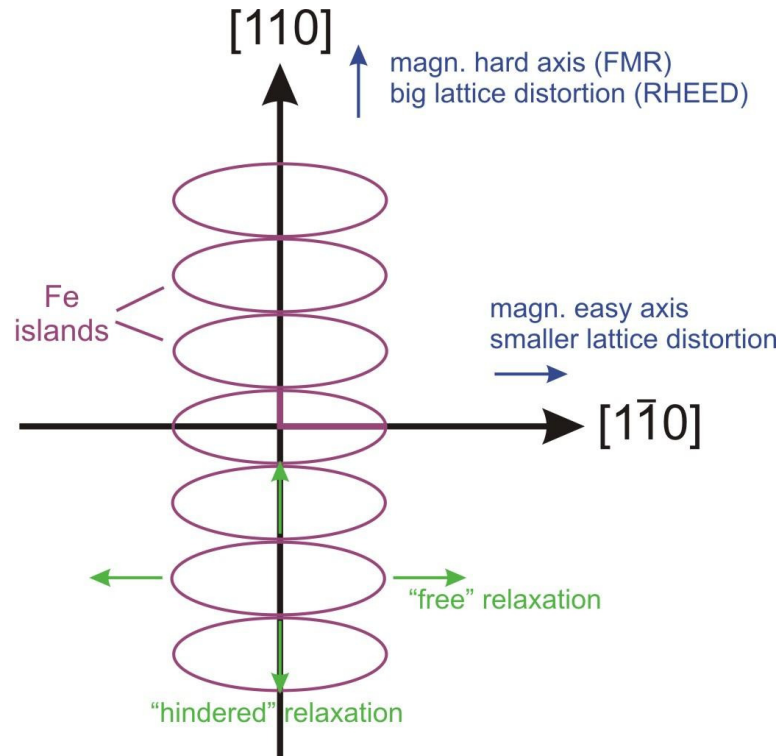


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung der Eiseninselorientierung im Anfangsstadium des Wachstums auf  $\text{InAs}(001)$ .  $[110]$  und  $[1\bar{1}0]$  sind die Kristallrichtungen der  $\text{InAs}(001)$ -Oberfläche.

mit RHEED die größte Gitterverzerrung (bei Bedeckungen  $< 20$  ML, siehe Abb. 3.3) gemessen wurde. Bei der magnetisch leichten Richtung ist eine kleinere Gitterverzerrung vorhanden und es gibt eine deutlich schnellere Relaxation. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die Bewegung der Fe-Atome entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Richtung nicht behindert wird im Gegensatz zu der  $[110]$ -Richtung, wo die Bewegung durch die benachbarten Fe-Inseln behindert wird (siehe Abb. 3.5). Dieser Zusammenhang zwischen magnetisch harter Richtung und großer Gitterverzerrung lässt den Schluss zu, dass die uniaxiale Anisotropie (bei Fe-Schichtdicken  $< 20$  ML) durch die Gitterverzerrung der Fe-Inseln erzeugt wird.

### 3.3.2 Verhalten von unterschiedlich dicken $^{57}\text{Fe}$ -Filmen auf $\text{InAs}(001)$

In diesem Abschnitt werden nun die Ergebnisse, die mit CEMS an  $^{57}\text{Fe}$ -Filmen auf  $\text{InAs}(001)$  und zusätzlich mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichtmethode gefunden wurden, vorgestellt. Für die tiefenabhängigen CEMS-Untersuchungen wurde eine jeweils 4-ML dicke  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in verschiedenen Abständen zur  $\text{Fe}(001)/\text{InAs}(001)$ -Grenzfläche deponiert. Darüber hinaus wurden auch Fe-Filme bei verschiedenen

Substrattemperaturen aufgewachsen und untersucht. Da von Ohno et al. [5] die Spininjektion von Fe in p-dotiertes InAs(001) nachgewiesen wurde [5], wurde hier ebenfalls Fe/p-InAs untersucht worden.

In Abb. 3.6 sind CEM-Spektren von 1.5 nm (a), 2.5 nm (b) und 5.6 nm (c) dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Filmen auf InAs(001) gezeigt. Die Proben wurden, wie in Kapitel 2.3 und 3.2 beschrieben, hergestellt. Die Wachstumstemperatur  $T_S$  betrug  $\sim 40^\circ\text{C}$  (nominal RT). Um den Einfluss der Cr-Schutzschicht völlig auszuschalten, wurden die Fe-Filme zunächst mit 3.0 nm Ag abgedeckt, da bekannt ist, dass Ag mit Fe als unlösliches Legierungssystem wenig Grenzflächendurchmischung zeigt. Da aber die Ag-Schicht nicht vor Oxidation schützt, wurde abschließend noch eine 5.6 nm dicke Cr-Deckschicht aufgebracht.

Für die CEMS-Messung wurden die Proben bei Raumtemperatur (RT) und ohne angelegtes Magnetfeld in einem selbst gebauten He-CH<sub>4</sub>-Gaszähler (Proportionalzähler) gemessen. Dazu wurde ein mit konstanter Beschleunigung arbeitender Mössbauerantrieb und eine  $^{57}\text{Co}$ (Rh-Matrix)-Quelle mit einer Aktivität von  $\sim 30$  mCi benutzt. Die auf die Probe einfallenden  $\gamma$ -Strahlen sind senkrecht zur Fe-Filmebene gerichtet. Dadurch kann, wie in Kapitel 2.6.1 beschrieben, der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  der Fe-Spins aus dem Linienintensitätsverhältnis des Mössbauersextetts berechnet werden. Die angegebenen Werte für die Isomerieverschiebung  $\delta$  sind alle relativ zu einem  $\alpha$ -Fe-Absorber bei  $T = \text{RT}$  angegeben.

Die gemessenen Spektren in Abb. 3.6 wurden in Analogie zu Fe/GaAs(001) [67, 68, 69] mit zwei Unterspektren (Sextetts) unter Benutzung des nach der Kleinsten-Fehlerquadrat-Methode arbeitenden Computerprogramm NORMOS von R. A. Brand [70] angepasst. Das erste Zeeman-Sextett (Unterspektrum 1) hat relativ scharfe Linien und wurde mit einer schmalen Gauß-Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern  $P(B_{hf})$  angepasst und soll  $^{57}\text{Fe}$ -Atome in lokalen Umgebungen beschreiben, welche nahezu die spektralen Parameter von bcc bulk-Fe besitzen. Das zweite Zeeman-Sextett (Unterspektrum 2) besitzt sehr breite asymmetrische Linien und wurde mit einer breiten Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern  $P(B_{hf})$  angepasst, entsprechend einer breiten Verteilung unterschiedlicher  $^{57}\text{Fe}$ -Umgebungen. Um eine gute Anpassung zu bekommen wurde im zweiten Zeeman-Sextett eine lineare Korrelation von magnetischem Hyperfeinfeld  $B_{hf}$  und Isomerieverschiebung  $\delta$  angenommen, wie sie oft in ungeordneten Eisenlegierungen vorkommt.

Die aus den Anpassungen ermittelten spektralen Mössbauerparameter sind in



Tabelle 3.1 angegeben. Deutlich erkennbar ist, dass die relative spektrale Fläche (rel. area) des ersten Zeeman-Sextetts (Unterspektrum 1) mit zunehmender  $^{57}\text{Fe}$ -Filmdicke immer mehr zunimmt und damit auch der Phasenanteil, der sich nahezu wie bcc bulk-Fe verhält. Bei einer  $^{57}\text{Fe}$ -Schichtdicke von 1.5 nm ist der Anteil noch 57.0 % der gesamten spektralen Fläche, bei einer Schichtdicke von 2.5 nm liegt der Anteil schon bei 67.3 %, und bei einer Schichtdicke von 5.6 nm verhält sich ein Anteil von 92.9 % wie bcc bulk-Fe, während das Unterspektrum 2 (7.1 %) nur noch schwach zur spektralen Fläche beiträgt. Dies ist ein starker Hinweis darauf, dass das Unterspektrum 2 von der Fe/InAs-Grenzfläche herrührt, da mit zunehmender Filmdicke das Verhältnis von Volumenanteil zu Grenzflächenanteil zunimmt.

Die sich aus den Anpassungen ergebenden mittleren magnetischen Hyperfeinfelder des Unterspektrums 1 (Tabelle 3.1) von  $\langle B_{hf} \rangle = 32.7(1) - 33.2(4)$  T und die mittleren Isomerieverschiebungen  $\langle \delta \rangle$  von  $+0.02(1)$  mm/s liegen nahe bei den spektralen Parametern von bcc bulk-Fe. Bulk bcc-Fe besitzt bei RT ein magnetisches Hyperfeinfeld von  $B_{hf} = 33.0$  T und eine Isomerieverschiebung von 0.00 mm/s. Aus dem Linienintensitätsverhältnis der in Abb. 3.6 gezeigten CEM Spektren und dem erhaltenen mittleren Verkipfungswinkel  $\langle \theta \rangle$  von  $84(7) - 90(7)^\circ$  kann gefolgert werden, dass die Fe-Spinorientierung in der Filmebene bevorzugt ist. Für das Unterspektrum 2 mit der breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung ergeben die Anpassungen eine leicht positive mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  von  $+0.12(9)$  bis  $+0.19(2)$  mm/s, wie sie oft in bcc-Fe-Legierungen zu finden ist. Dies bedeutet eine geringe Abnahme der s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kernort im Vergleich zu reinem bcc  $^{57}\text{Fe}$  und weist auf den metallischen Fe-Zustand hin. Diese positiven  $\langle \delta \rangle$ -Werte und die breite  $P(B_{hf})$ -Verteilung des Unterspektrums 2 sind charakteristisch für die gemischte Fe/InAs(001)-Grenzflächenregion.

Die Hyperfeinfeldverteilung der Grenzflächenzone (Unterspektrum 2) besitzt einen typischen Verlauf mit einem wahrscheinlichsten magnetischen Hyperfeinfeld (im Peak) von ca. 30 T und einem langsameren Abfall zu kleiner werdenden Hyperfeinfeldern hin. Bei den in Abb. 3.6 gezeigten CEM-Spektren sind in der Verteilung schon keine Beiträge bei Hyperfeinfeldern  $< 20$  T zu sehen. Dies bedeutet auch, dass in unseren Proben keine „magnetisch tote Schicht“ an der Grenzfläche vorhanden ist. Diese würde sich in der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung mit einem Peak bei kleinen magnetischen Hyperfeinfeldern ( $B_{hf} \approx 0$  T) bemerkbar machen. Bei dem Unterspektrum 2 liegen gemäß Tabelle 3.1 die mittleren magnetischen Hyperfeinfelder  $\langle B_{hf} \rangle$  zwischen  $23(2)$  T und  $26.1(3)$  T. Mit der Benutzung des üblichen Konversionsfaktors  $\sim 15 \text{ T}/\mu_B$  [71, 72] für bcc Eisenlegierungen ergeben sich als Abschätzung entsprechende magnetische Fe-Momente von  $\sim 1.5 \mu_B$  bzw.  $\sim 1.7 \mu_B$  in der

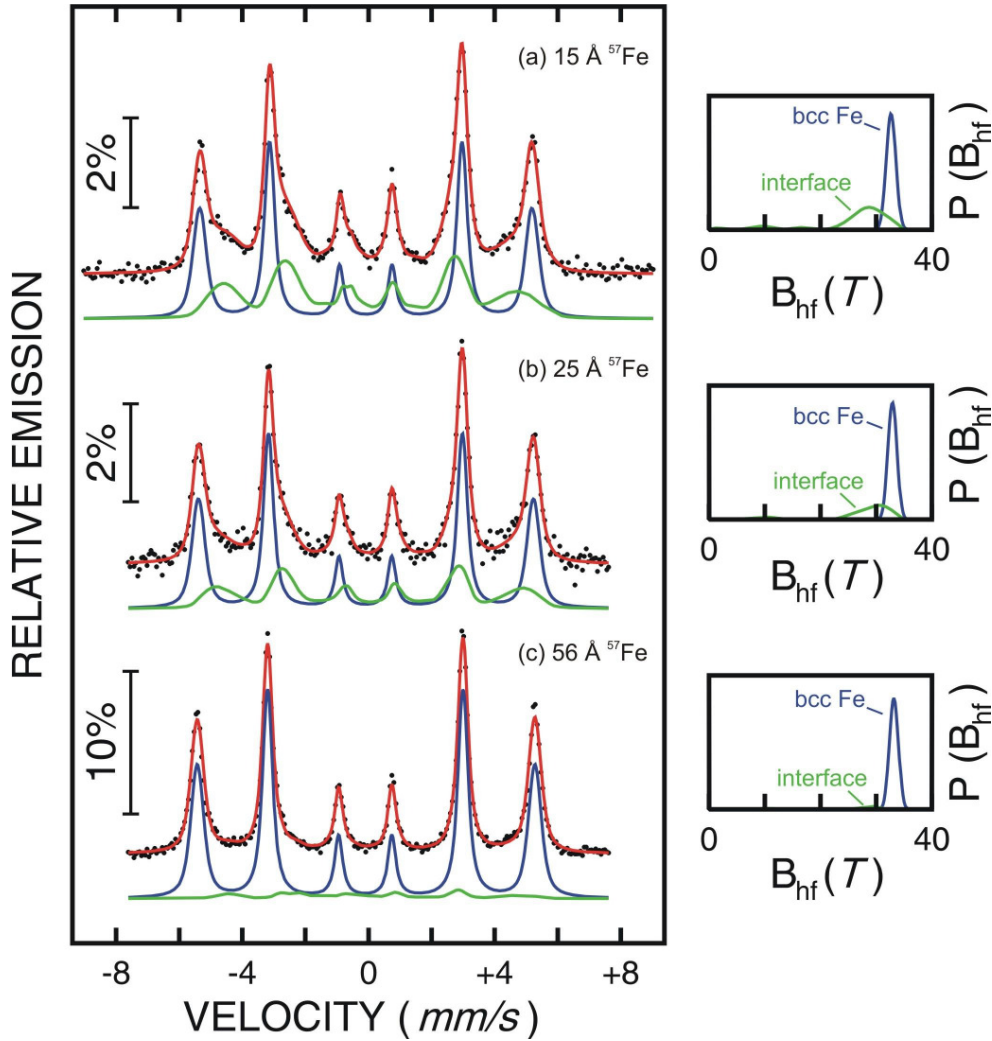


Abbildung 3.6: Die bei Raumtemperatur gemessenen CEM-Spektren eines 15 Å (a), 25 Å (b) und 56 Å (c) dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films auf InAs(001), aufgedampft bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$ . Direkt auf jeden  $^{57}\text{Fe}$ -Film war eine 30 Å dicke Ag-Schutzschicht, gefolgt von einer 56 Å dicken Cr-Schutzschicht, aufgebracht worden. Rechts: die dazugehörigen magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{\text{hf}})$ . Den gemessenen Spektren wurden jeweils zwei Unterspektren angepasst, eines für  $\alpha$ -Fe und eines für eine Grenzflächenlegierung.

Grenzflächenregion. Dem Peak-Hyperfeinfeld von 30 T entspricht ein Fe-Moment von  $\sim 2.0 \mu_B$ . Zum Vergleich: bcc bulk-Fe besitzt ein magnetisches Moment von  $2.2 \mu_B$ . Unsere abgeschätzten Werte demonstrieren, dass selbst an der durchmischten Fe/InAs-Grenzfläche ein recht großes Eisenmoment vorhanden ist.

Der Abfall der rel. Fläche des zweiten Sextetts (Unterspektrum 2) mit zunehmender Fe-Filmdicke, welches die Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche beschreibt, ist gut verständlich. Die Durchmischung von As- und Fe-Atomen (aber auch der wegen der

Tabelle 3.1: Die aus den RT-CEM-Spektren der Abb. 3.6 ermittelten spektralen Mössbauer-Parameter von unterschiedlich dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Filmen, die bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  (nominell RT) auf  $\text{InAs}(001)$  aufgedampft wurden. Angegeben sind das mittlere magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$ , die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  (relativ zu bulk  $\alpha\text{-Fe}$  bei RT), die elektrische Quadrupol-Kernniveaushift  $2\epsilon$ , das Intensitätsverhältnis  $x = \frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  der zweiten (fünften) und der dritten (vierten) Mössbauerlinie, der mittlere Fe-Spin-Verkippungswinkel  $\langle \theta \rangle$  und die relative spektrale Fläche rel. area (normiert auf die gesamte spektrale Fläche). Unterspektrum 1: ungestörtes bcc-Fe, Unterspektrum 2: Fe-Grenzflächenlegierung. (\*wurde während der Anpassung festgehalten.)

Fe-Filmdicke	$\langle B_{hf} \rangle$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$	rel. area
	(T)	(mm/s)	(mm/s)		( $^\circ$ )	(%)
<b>1.5 nm <math>^{57}\text{Fe}</math></b>						
Unterspektrum 1	32.7(1)	0.02(1)	0.00(1)	4.0(1)	86(7)	57.0
Unterspektrum 2	26.1(3)	0.12(9)	0.07(2)	4.0*	90	43.0
<b>2.5 nm <math>^{57}\text{Fe}</math></b>						
Unterspektrum 1	32.9(1)	0.02(1)	0.02(1)	4.0(1)	88(7)	67.3
Unterspektrum 2	26.8(5)	0.16(5)	0.06(4)	4.0*	90	32.7
<b>5.6 nm <math>^{57}\text{Fe}</math></b>						
Unterspektrum 1	33.2(4)	0.02(1)	0.03(1)	3.9(3)	84(7)	92.9
Unterspektrum 2	23.4(17)	0.19(2)	-0.08(3)	4.0*	90	7.1

Unlöslichkeit von Fe und In unwahrscheinlicher Fall von In- und Fe-Atomen) ist direkt an der Grenzfläche am größten. Daher nimmt der Einfluss der Grenzfläche mit zunehmender Fe-Filmdicke ab, da die Messung den gesamten  $^{57}\text{Fe}$ -Film erfasst. Das Unterspektrum 2 besitzt bei dem 1.5 nm  $^{57}\text{Fe}$ -Film einen relativen Flächenanteil von 43 %. Dies würde einer effektiven  $^{57}\text{Fe}$ -Dicke von ca. 0.7 nm entsprechen. Bei den Proben mit den 2.5 bzw. 5.6 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Filmen würden die entsprechenden relativen Flächenverhältnisse effektive  $^{57}\text{Fe}$ -Dicken von 0.8 bzw.  $\sim 0.4$  nm ergeben. Dies bedeutet, dass der Einfluss der Grenzfläche im Fe-Film auf höchstens ca. sechs Atomlagen begrenzt ist. Im folgenden wird dies aber noch genauer mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichtmethode untersucht.

### 3.3.3 Abstandsabhängigkeit des Grenzflächeneinflusses

Um die Dicke der durchmischten Fe/InAs-Grenzflächenzone abzutasten, wurde eine 4 Monolagen (ML) dicke  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht bei Raumtemperatur direkt an der Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche bzw. in einer Entfernung von 4 ML oder 20 ML von der Grenzfläche in einem 40 ML (5.6 nm) dicken  $^{nat}\text{Fe}$ -Film deponiert. Anschließend wurde der Fe-Film mit einer ebenfalls 40 ML dicken Cr(001)-Schutzschicht vor Oxidation geschützt. Die Präparation der Proben wurde schon in Kapitel 2.3 und 3.2 beschrieben. Die genauen Probenstrukturen sehen wie folgt aus:

- „interface“:  
Cr(5.6 nm)/ $^{nat}\text{Fe}$ (5.6 nm)/ $^{57}\text{Fe}$ (0.56 nm)/InAs(001)
- „4 ML away“:  
Cr(5.6 nm)/ $^{nat}\text{Fe}$ (5.04 nm)/ $^{57}\text{Fe}$ (0.56 nm)/ $^{nat}\text{Fe}$ (0.56 nm)/InAs(001)
- „20 ML away“:  
Cr(5.6 nm)/ $^{nat}\text{Fe}$ (2.8 nm)/ $^{57}\text{Fe}$ (0.56 nm)/ $^{nat}\text{Fe}$ (2.8 nm)/InAs(001)

Direkt nach der Probenherstellung wurden die Proben mit CEMS bei Raumtemperatur untersucht. Die gemessenen CEM-Spektren sind in Abb. 3.7 dargestellt. Sie wurden wieder mit zwei Unterspektren angepasst. Auch hier beschreibt das erste relativ scharfe Zeeman-Sextett (Unterspektrum 1) den Anteil von nahezu ungestörtem bcc bulk-Fe und ist durch eine schmale gaußförmige Verteilung  $P(B_{hf})$  von magnetischen Hyperfeinfeldern gekennzeichnet. Das zweite Zeeman-Sextett (Unterspektrum 2) wird wie zuvor benötigt, um den Teil des Spektrums anzupassen, der von der Fe(001)/InAs(001)-Grenzflächenlegierung herrührt. Es wurde wieder mit einer breiten Verteilung  $P(B_{hf})$  angepasst. Die bei der Anpassung ermittelten spektralen Mössbauerparameter sind in Tabelle 3.2 gezeigt.

Bei der Betrachtung der spektralen Flächen in Tabelle 3.2 ist zu beachten, dass in natürlichem Eisen auch  $^{57}\text{Fe}$  zu ca. 2 % vorhanden ist. Trotzdem stammt der größte Beitrag zum CEM-Spektrum von der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht. Bei Berücksichtigung der Filmdicken von  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht (0.56 nm) und natürlicher Fe-Schicht (5.6 nm) sowie der Isotopenhäufigkeit (ca. 2 %) ergibt sich ein Beitrag von 84 % zum CEM-Signal durch die  $^{57}\text{Fe}$ -Sonde. Die natürliche Eisenschicht trägt also nur mit 16 % zum Mössbauer-Signal bei. Aus den drei gezeigten CEM-Spektren mit  $^{57}\text{Fe}$ -Sonden in verschiedenen Abständen zur Grenzfläche und Tabelle 3.2 wird sofort ersichtlich, dass der relative Flächenanteil des Unterspektrums 2 und damit der Einfluss der Grenzschicht rapide mit zunehmendem Abstand zur Grenzfläche abnimmt. Deshalb war es bei dem CEM-Spektrum der Probe „20 ML away“ nicht mehr sinnvoll, das

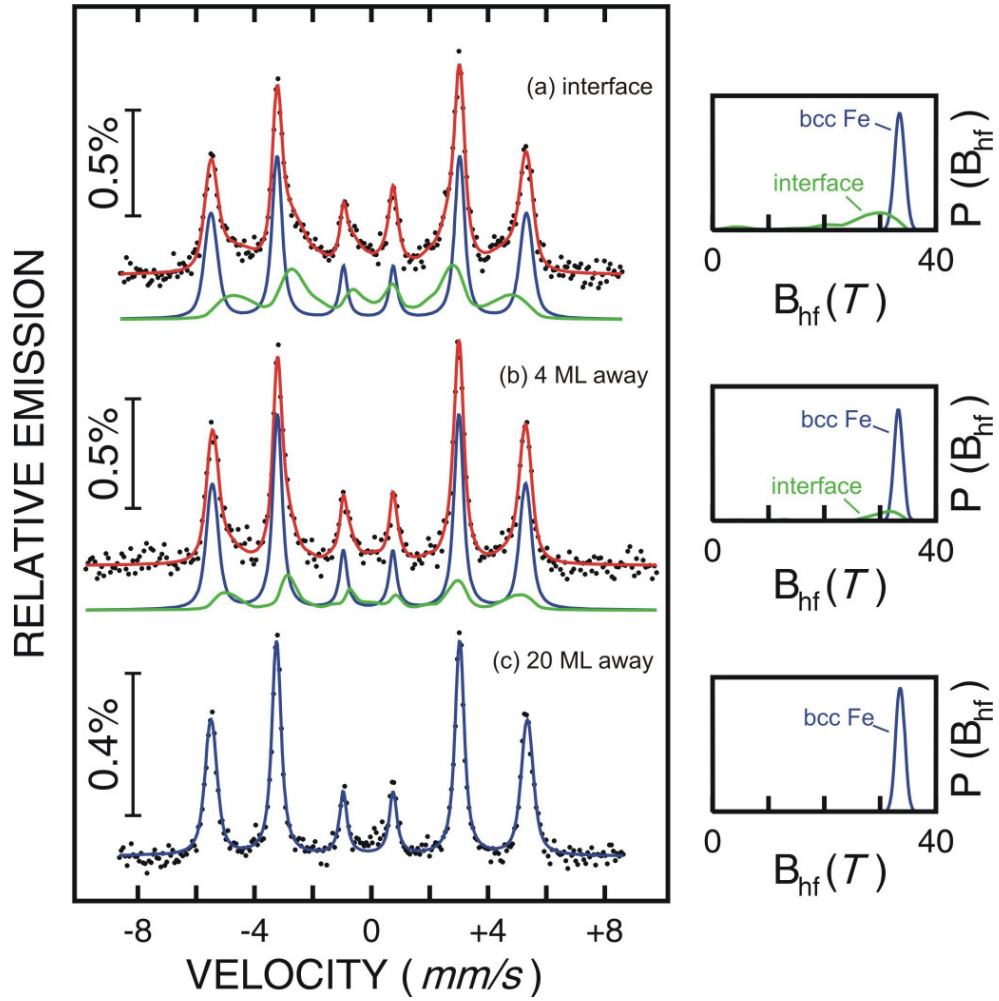


Abbildung 3.7: RT-CEM Spektren einer 4-ML dicken, bei Raumtemperatur gewachsenen  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht an der  $^{nat}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$ -Grenzfläche (a), bzw. 4 ML (b) oder 20 ML (c) von der  $\text{Fe}/\text{InAs}(001)$ -Grenzfläche entfernt. Rechts: die dazugehörigen magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  der nahezu ungestörten bcc-Fe-Phase und der Grenzflächenlegierung.

Unterspektrum 2 mit in die Anpassung einzubeziehen. Aus diesem Grund wurde dieses CEM-Spektrum [in Abb. 3.7 (c)] nur mit einem einzigen Zeeman-Sextett mit schmaler gaußförmiger Verteilung  $P(B_{hf})$  angepasst. Das CEM-Spektrum mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht direkt an der Grenzfläche hat einen Anteil von 58.5 % entsprechenden 41.5 % in der Grenzflächen-Legierung (Unterspektrum 2). Bei der Probe „4 ML away“ nimmt der Grenzflächenanteil schon deutlich auf 22.8 % ab, und ist dann, wie schon erwähnt, bei einem Abstand von 20 ML verschwunden.

Gemäß Tabelle 3.2 ergeben sich für das Unterspektrum 1 aus der Anpassung folgende Werte für die spektralen Mössbauerparameter: das mittlere magnetische

Tabelle 3.2: Die aus den RT-CEM-Spektren der Abb. 3.7 ermittelten spektralen Mössbauer-Parameter der 4-ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, die bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  direkt an der Fe/InAs-Grenzfläche bzw. in 4 ML oder in 20 ML Entfernung zur Grenzfläche aufgewachsen wurde. Unterspektrum 1: nahezu ungestörtes bcc-Fe, Unterspektrum 2: Grenzflächenlegierung. Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 3.1 erklärt. \* wurde während der Anpassung festgehalten.

Probentyp	$\langle B_{hf} \rangle$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$	rel. area
	(T)	(mm/s)	(mm/s)		( $^\circ$ )	(%)
<b>Grenzfläche</b>						
Unterspektrum 1	33.5(1)	0.01(1)	0.01(1)	3.8(1)	80(7)	58.5
Unterspektrum 2	24.9(4)	0.17(4)	0.07(4)	4.0*	90	41.5
<b>4 ML entfernt</b>						
Unterspektrum 1	33.3(1)	0.01(1)	0.03(1)	3.9(1)	83(7)	77.2
Unterspektrum 2	27.3(9)	0.1(1)	-0.0(1)	4.0*	90	22.8
<b>20 ML entfernt</b>						
Unterspektrum 1	33.6(1)	0.02(1)	0.03(1)	4.0(1)	85(7)	100.0
Unterspektrum 2	-	-	-	-	-	0.0

Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  hat Werte von 33.3(1) - 33.6(1) T, die Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  von 0.01(1) - 0.02(1) mm/s, und der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle \theta \rangle$  der Fe-Spins ist 80(7) - 85(7) $^\circ$ . Diese Werte sind für bcc bulk-Fe typisch. Die spektralen Mössbauerparameter für das Unterspektrum 2 der „Interface“-Probe sind mit  $\langle B_{hf} \rangle = 24.9(4)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.17(4)$  mm/s sehr ähnlich zu den entsprechenden Werten des Unterspektrums 2 im Falle der dickenabhängigen Filme, welche zuvor im Abschnitt 3.3.2 diskutiert wurden. Das Peak-Hyperfeinfeld von Unterspektrum 2 beträgt wieder 30.0 T. Das Linienintensitätsverhältnis  $\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  wurde auch hier wieder während der Anpassung bei 4.0 festgehalten, d.h. es wurde planare Magnetisierung angenommen.

Das mittlere Hyperfeinfeld und die mittlere Isomerieverschiebung für das Unterspektrum 2 der Probe, bei der die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht 4 ML von der Grenzfläche entfernt ist, liegen mit  $\langle B_{hf} \rangle = 27.3(9)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.1(1)$  mm/s schon näher bei den Werten für bcc bulk-Fe, was ein Anzeichen dafür ist, dass der Einfluss bei einer Entfernung von 4 ML zur Fe/InAs(001)-Grenzfläche schon deutlich geringer wurde als bei der „Interface“-Probe. Bei der Probe mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in der Mitte

des Fe-Films, also 20 ML von der Grenzfläche entfernt, ist der Einfluss der Grenzfläche auf die magnetischen Eigenschaften schon verschwunden und der Film besitzt nahezu bcc bulk-Fe Verhalten. Wie schon erwähnt, ist in keiner unserer Proben ein Anzeichen für eine „magnetisch tote Schicht“ an der Grenzfläche zu erkennen, selbst nicht bei der „Interface“-Probe, wo der Einfluss der Grenzfläche am größten ist. Dies folgt aus der Tatsache, dass kein Peak in der Verteilung  $P(B_{hf})$  bei  $B_{hf} \approx 0$  T und bei kleinen  $B_{hf}$ -Werten zu erkennen ist (Abb. 3.7). Wenn auch hier wieder der für bcc Eisenlegierungen übliche Konversionsfaktor von  $15 \text{ T}/\mu_B$  genommen wird, ergibt sich aus  $\langle B_{hf} \rangle = 27.3 \text{ T}$  ein abgeschätztes magnetisches Fe-Moment von  $1.7 \mu_B$ , welches im Vergleich zu bcc bulk-Fe mit  $2.2 \mu_B$  zwar kleiner, aber immer noch relativ hoch ist. Bei den hier hergestellten Proben sollte also eine mögliche Spininjektion vom Fe ins InAs nicht durch eine paramagnetische FeAs-Legierung an der Grenzfläche behindert werden. Die spektralen Mössbauerparameter der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten (Tabelle 3.2) sind ähnlich wie diejenigen der dickenabhängigen  $^{57}\text{Fe}$ -Filme (Tabelle 3.1). Dies zeigt, dass die an unterschiedlichen Proben gewonnen Ergebnisse ineinander konsistent sind.

### 3.3.4 Einfluss der Fe-Wachstumstemperatur und Alterungseffekte

Um den Einfluss der Substrattemperatur  $T_S$  auf den Eisenfilm während des Wachstums zu untersuchen, wurden  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten außer bei (nominell) RT noch bei  $T_S \sim -125^\circ\text{C}$  und  $100^\circ\text{C}$  aufgewachsen. Anschließend wurden die Eisenfilme wieder mit einer Cr-Schutzschicht abgedeckt. Die Proben haben alle den folgenden nominellen Aufbau (entsprechend einer „interface“-Probe):

- $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/^{nat}\text{Fe}(5.6 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(0.56 \text{ nm})/\text{InAs}(001)$

Die direkt nach der Probenpräparation gemessenen CEM-Spektren sind in Abb. 3.8 (a)-(c) gezeigt. Um Alterungseffekte zu untersuchen wurde die bei  $T_S = 100^\circ\text{C}$  hergestellte Probe zusätzlich noch einmal 1.5 Jahre nach der Herstellung gemessen; dieses Spektrum wird in Abb. 3.8 (d) gezeigt.

Die CEM-Spektren wurden auch hier wieder mit zwei Unterspektren angepasst, wie in den Abschnitten 3.3.2 und 3.3.3 beschrieben. Das Unterspektrum 1 besitzt wieder relativ scharfe Linien und wurde wieder mit einer schmalen gaußförmigen Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern angepasst. Die erhaltenen spektralen Mössbauerparameter sind in der Tabelle 3.3 gezeigt. Sie verändern sich kaum bei den unterschiedlichen Wachstumstemperaturen  $T_S$ . Da dieses Unterspektrum 1 ja

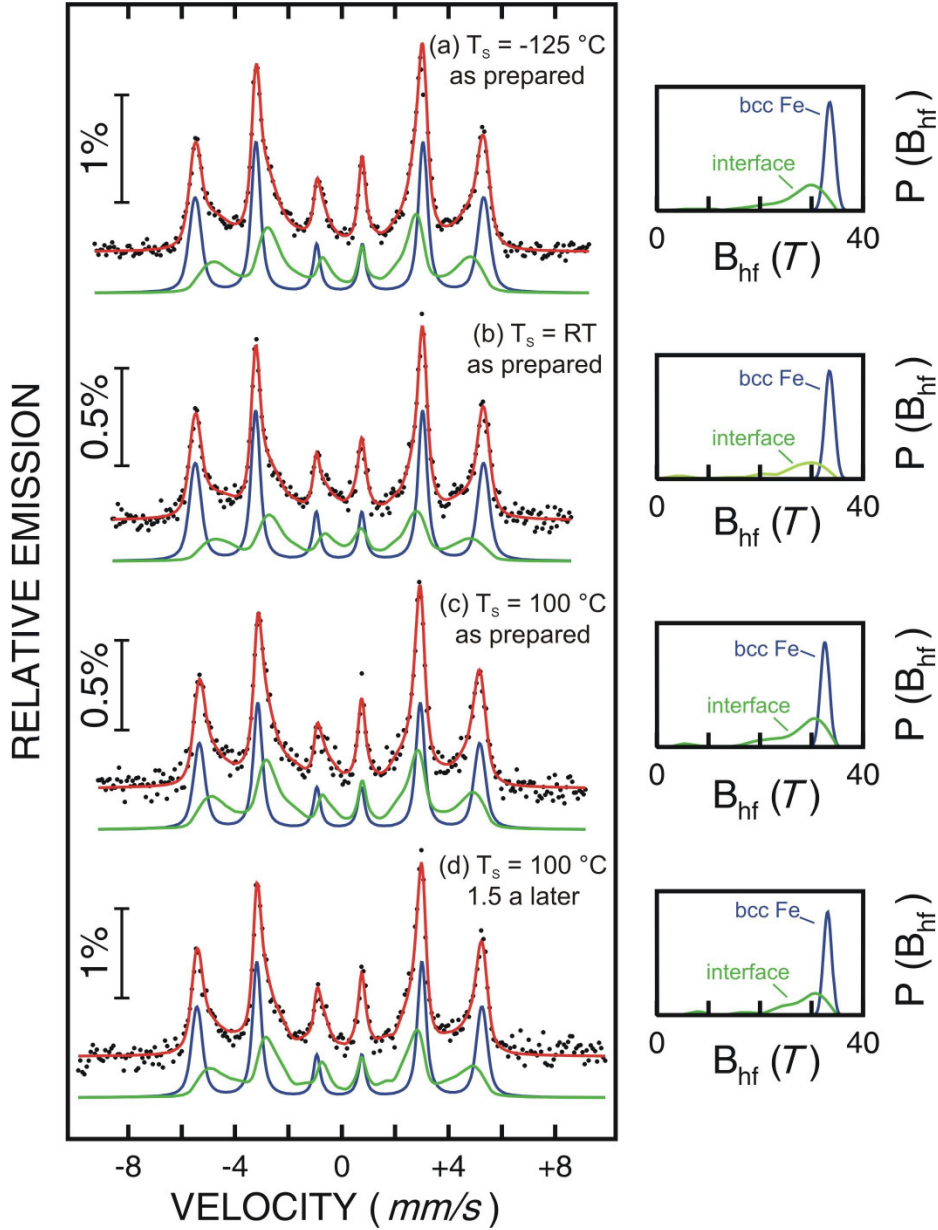


Abbildung 3.8: RT-CEM-Spektren einer 4-ML (0.56 nm) dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht direkt an der  $^{nat}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$  Grenzfläche, aufgewachsen bei einer Substrattemperatur von  $T_s \sim -125^\circ\text{C}$  (a),  $T_s \sim 40^\circ\text{C}$  (nominell RT) (b) und  $T_s = 100^\circ\text{C}$  (c), alle direkt nach der Herstellung gemessen. (d) Dieselbe Probe wie bei (c), jedoch 18 Monate später gemessen. Rechts: zugehörige magnetische Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$ . Alle Spektren wurden wieder mit zwei Unterspektren angepasst.

vom bulk-ähnlichen bcc-Fe-Phasenanteil herrührt, ist dies auch nicht verwunderlich, da eine Veränderung ja vom Unterspektrum 2 beschrieben wird. Das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  des Unterspektrums 1 beträgt 33.5(1), 33.5(1) und 32.6(2) T für die verschiedenen Substrattemperaturen  $T_s$  von  $\sim -125^\circ\text{C}$ ,  $40^\circ\text{C}$  (no-



minell RT) bzw. 100 °C, und die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle\delta\rangle$  (wieder relativ zu  $\alpha$ -Fe) liegt zwischen 0.01(1) und 0.02(1) mm/s. Der mittlere Verkipfungswinkel der Fe-Spins in bcc-Fe-Phasenanteil besitzt Werte zwischen 77° und 81°, was wieder auf eine bevorzugte planare Magnetisierung hinweist. Für das Unterspektrum 2, welches den Einfluss der Fe/InAs-Grenzfläche widerspiegelt, ergeben sich wieder vergleichbare Mössbauerparameter wie bei den entsprechenden Spektren in Abschnitt 3.3.2 und 3.3.3. So ergeben sich für das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  bei den unterschiedlichen Wachstumstemperaturen  $\sim -125$  °C,  $\sim 40$  °C und 100 °C Werte von 26.2, 24.9 bzw. 26.5 T (Tabelle 3.3). Die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle\delta\rangle$  der Grenzflächenlegierung ist mit 0.17 mm/s bei allen ausgewählten Wachstumstemperaturen  $T_S$  innerhalb der Fehlergrenzen gleich. Für das Unterspektrum 2 wurde, wie auch schon zuvor, das Intensitätsverhältnis  $\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  der Mössbauerlinien bei der Anpassung mit 4.0 festgehalten und damit planare Magnetisierung angenommen.

Interessant ist die Betrachtung der relativen spektralen Flächen der jeweiligen Unterspektren, da Sie die relativen Phasenanteile von bcc bulk-Fe und der Fe/InAs-Grenzflächenlegierung angeben. Nach Tabelle 3.3 ist der Anteil der Grenzflächenlegierung mit 41.5 % bei  $T_S \sim 40$  °C (nominell RT) am geringsten im Vergleich zu den anderen Proben. Bei der Probe mit einer Substrattemperatur von  $\sim -125$  °C ist der Grenzflächenlegierungsanteil mit 48.3 % deutlich größer, und am größten mit 53.0 % bei  $T_S \sim 100$  °C. Dies kann verschiedene Ursachen haben. Bei einer erhöhten Wachstumstemperatur von  $T_S \sim 100$  °C ist die Wahrscheinlichkeit für As-Diffusion in den Fe-Film größer als bei  $T_S \sim 40$  °C, womit sich der hohe Grenzflächenlegierungsanteil (hohe relative spektrale Fläche) bei  $T_S \sim 100$  °C erklären lässt. Andererseits ist das Fe-Filmwachstum bei tieferer Temperatur ( $T_S \sim -125$  °C) nicht so gut, und kann zu sehr kleinen Körnern mit hoher Korngrenzendichte und auch zu Fehlstellen in den Körnern führen. Diese Defekte begünstigen die Diffusion von As in den Fe-Film und die Erhöhung der Legierungsanteils an der Fe/InAs-Grenzfläche.

Aus diesen Ergebnissen folgt, dass die optimalen Bedingungen für einen möglichst geringen Legierungsanteil an der Fe(001)/InAs(001)-Grenzfläche bei einer Wachstumstemperatur  $T_S$  des Eisenfilms von ungefähr 40 °C (nominell RT) zu erreichen sind. Allerdings verändern sich die anderen spektralen Mössbauerparameter in dem untersuchten  $T_S$ -Bereich von  $\sim -125$  °C bis 100 °C nur unwesentlich (Tabelle 3.3). So ist zwar die relative spektrale Fläche der Grenzflächenlegierung bei  $T_S \sim 40$  °C am kleinsten, dafür ist aber auch das mittlere magnetische Hyperfeinfeld mit  $\langle B_{hf} \rangle = 24.9$  T bei  $T_S \sim 40$  °C geringfügig kleiner als im Falle von  $T_S \sim -125$  °C und 100 °C (26.2 T bzw. 26.6 T). Möglicherweise sind die mittleren Grenzflächen-Legierungskonzentrationen bei den verschiedenen Wachstumstemperaturen

Tabelle 3.3: Die aus den RT-CEM-Spektren der Abb. 3.8 ermittelten spektralen Mössbauerparameter für eine 4 ML dicke  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, die bei  $T_S \sim -125$ ,  $\sim 40$  °C bzw.  $\sim 100$  °C direkt an der Fe/InAs-Grenzfläche aufgewachsen wurde. „As prepared“: CEMS-Messung direkt nach der Probenpräparation. „1.5 a later“: Noch einmal 1.5 Jahre nach der Präparation gemessen. Unterspektrum 1: ungestörtes bcc-Fe, Unterspektrum 2: Grenzflächenlegierung. Die spektralen Mössbauerparameter wurden in Tabelle 3.1 bereits erklärt. \* wurde während der Anpassung festgehalten.

	$\langle B_{hf} \rangle$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$	rel. area
	(T)	(mm/s)	(mm/s)		(°)	(%)
<b><math>T_S \sim -125</math> °C as prepared</b>						
Unterspektrum 1	33.5(1)	0.02(1)	0.00(1)	3.8(1)	81(7)	51.7
Unterspektrum 2	26.2(2)	0.17(6)	0.0(1)	4.0*	90	48.3
<b><math>T_S \sim 40</math> °C as prepared</b>						
Unterspektrum 1	33.5(1)	0.01(1)	0.01(1)	3.8(1)	80(7)	58.5
Unterspektrum 2	24.9(4)	0.17(4)	-0.07(4)	4.0*	90.0	41.5
<b><math>T_S \sim 100</math> °C as prepared</b>						
Unterspektrum 1	32.6(2)	0.01(1)	0.02(1)	3.6(1)	77(7)	47.0
Unterspektrum 2	26.6(4)	0.17(8)	-0.0(4)	4.0*	90	53.0
<b><math>T_S \sim 100</math> °C, 1.5 a later</b>						
Unterspektrum 1	33.1(2)	0.02(1)	0.01(1)	3.8(1)	80(7)	51.0
Unterspektrum 2	26.5(4)	0.13(5)	-0.0(5)	4.0*	90	49.0

geringfügig unterschiedlich.

Ein weiteres interessantes Ergebnis ist, dass Alterungseffekte für die Proben nicht sehr ausgeprägt sind. Dies ergibt sich aus der erneuten Messung an der bei  $T_S \sim 100$  °C hergestellten Probe 1.5 Jahre später. Die Probe wurde in einem Exsikkator bei  $\sim 10^{-1}$  mbar und RT gelagert. Für diese Probe sind in Abbildung 3.8 die beiden CEM-Spektren direkt nach der Herstellung [Abb. 3.8 (c)] bzw. 18 Monate später [Abb. 3.8 (d)] gezeigt. Beide CEM-Spektren sind sehr ähnlich, d.h. die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht direkt an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche verändert ihre Struktur und magnetischen Eigenschaften nach 18 Monaten kaum. Offensichtlich erfüllt die Cr-Schutzschicht ihre Aufgabe, den Fe-Film vor Oxidation zu schützen. Andererseits gibt es an der Fe/InAs-Grenzfläche bei RT nach erfolgter Präparation auch keine aus-

geprägte schädliche Interdiffusion von As- bzw. In-Atomen in den Fe-Film. Auch die spektralen Mössbauerparameter der beiden Proben sind sehr ähnlich (Tabelle 3.3). So verändern sich die Mössbauerparameter für das Unterspektrum 2, welches der Grenzflächenlegierung zugeordnet ist, kaum und sind innerhalb der Fehlergrenzen gleich. So ist z.B. das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  und die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  direkt nach der Herstellung 26.6(4) T bzw. 0.17(8) mm/s. Bei der Messung 1.5 Jahren später ergaben sich Werte von 26.5(4) T und 0.13(5) mm/s. (Das Linienintensitätsverhältnis  $\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  wurde bei der Anpassung wieder mit 4.0 festgehalten.) Auch bei dem Unterspektrum 1, welches den bcc bulk-Fe Teil des Spektrums beschreibt, sind die Veränderungen nur gering. Das  $\langle B_{hf} \rangle$  erhöht sich von 32.6(2) T direkt nach der Herstellung auf 33.1(2) T 1.5 Jahre später, während die mittlere Isomerieverschiebung mit 0.01(1) bzw. 0.02(1) mm/s nahezu unverändert bleibt, und die Linienintensitätsverhältnisse  $\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  und damit der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle \theta \rangle$  der Fe-Spins sich von 3.6(1) bzw. 77(7)° (direkt nach der Herstellung) auf 3.8(1) bzw. 80(7)° (18 Monate später) kaum verändern. Es ändern sich aber geringfügig die spektralen Flächenverhältnisse. So nimmt der Anteil des Unterspektrums 1 (bcc-Fe-Anteil) von anfangs 47.0 % auf später 51.0 % zu, entsprechend einer Abnahme des Unterspektrums 2 (Grenzflächenlegierung) von 53.0 % auf 49 %. Dies ist ein Hinweis darauf, dass sich die Fe-Grenzflächenlegierung bei RT über längere Zeiten entmischen könnte. Gewissheit darüber könnten weitere zukünftige Langzeitexperimente bringen.

### 3.4 Gitterdynamische Eigenschaften der Fe / In-As(001)-Grenzfläche

Um die gitterdynamischen Eigenschaften der Fe/InAs(001)-Grenzfläche zu untersuchen, wurden an der APS in Argonne, IL (USA), NRIXS-Messungen, wie in Kapitel 2.7 beschrieben, durchgeführt. Da diese Methode isotopenselektiv ist, ist es möglich, die Fe/InAs(001)-Grenzflächenregion im Fe-Film zu untersuchen. Allerdings kann mit dieser Messmethode nur die partielle Fe-Phonenzustandsdichte („Fe projiziert“) bestimmt werden.

#### Probenpräparation und -Charakterisierung

Aufgrund dessen, dass in  $^{nat}\text{Fe}$  bei natürlicher Isotopenzusammensetzung zu ca. 2% auch  $^{57}\text{Fe}$  vorhanden ist, wurden speziell für diese Messung weitere Proben herge-

stellt, bei denen lediglich für die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht das Isotop  $^{57}\text{Fe}$  (zu 95% angereichert) verwendet wurde, während für den restlichen Fe-Film  $^{56}\text{Fe}$ , das bis zu 0.2% an  $^{57}\text{Fe}$  verarmt war, benutzt wurde. Zum Vergleich wurde einmal die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht direkt an der Grenzfläche und einmal in der Mitte des  $^{56}\text{Fe}$ -Films deponiert. Die genauen Probenstrukturen sind demnach:

- $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/^{56}\text{Fe}(5.6 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(0.56 \text{ nm})/\text{InAs}(001)$ ,

im folgenden „Interface“-Probe genannt, und

- $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/^{56}\text{Fe}(2.8 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(0.56 \text{ nm})/^{56}\text{Fe}(2.8 \text{ nm})/\text{InAs}(001)$ ,

im folgenden „Center“-Probe genannt. Die Herstellung der beiden Proben geschah wie in Kapitel 2.3 und 3.2 beschrieben bei einer Wachstumstemperatur von nominell RT, d.h.  $\sim 40^\circ\text{C}$ . In Abb. 3.9 sind RHEED-Bilder der Center-Probe gezeigt, die bei einer Energie von 10 keV und einem Emissionsstrom von  $20 \mu\text{A}$  entlang der [110] Azimutrichtung der InAs(001)-Oberfläche aufgenommen wurden. Abb. 3.9 (a) zeigt das RHEED-Bild der sauberen InAs(001)-Oberfläche und Abb. 3.9 (b) das RHEED-Bild eines 6.16 nm dicken Fe-Films nach dem Aufdampfen bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$ .

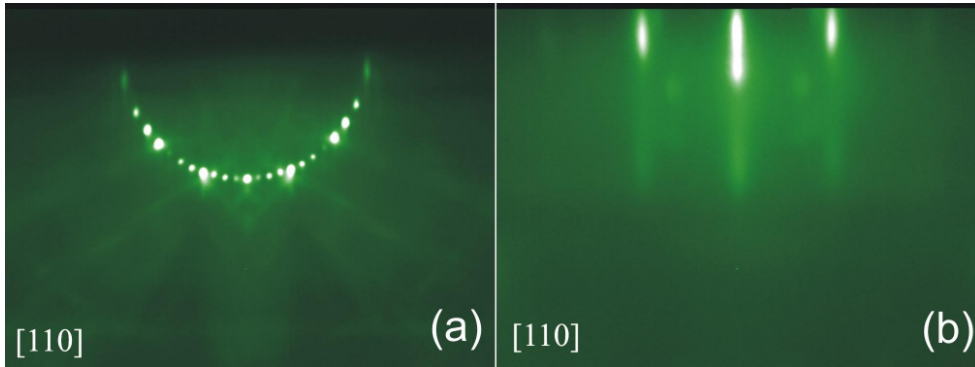


Abbildung 3.9: RHEED-Bilder, aufgenommen bei  $E = 10 \text{ keV}$ ,  $I_A = 20 \mu\text{A}$ , mit dem Elektronenstrahl entlang der [110] Azimutrichtung der InAs(001)-Oberfläche: (a) der sauberen InAs(001)-Oberfläche; (b) nach dem Aufdampfen ( $T_S \sim 40^\circ\text{C}$ ) eines 6.16 nm dicken Fe-Films (Center-Probe).

Die RHEED-Bilder bestätigen noch einmal die bereits in Kapitel 3.2 ausführlicher beschriebene Struktur des Eisenfilms. Die kreisförmig angeordneten RHEED-Reflexe mit Überstrukturreflexen der sauberen InAs(001)-Oberfläche deuten darauf hin, dass die InAs(001)-Oberfläche atomar glatt, gut geordnet und  $(4 \times 2)$  rekonstruiert ist. Die rechteckige und streifenförmige Anordnung der RHEED-Reflexe des 6.16 nm dicken Fe-Films ist ein typisches Merkmal für einen epitaktischen Film mit 3D-Wachstum.

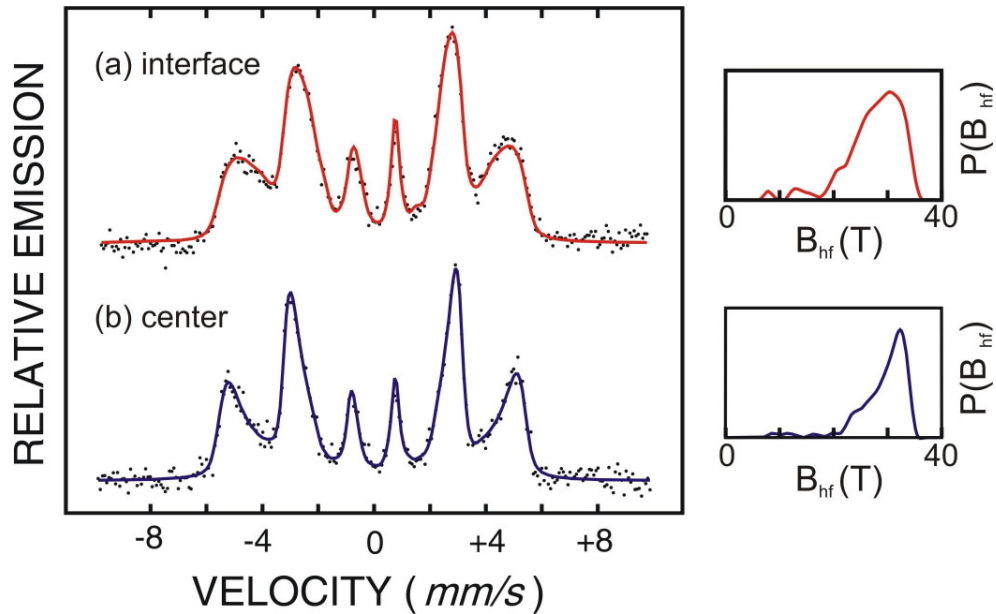


Abbildung 3.10: CEM Spektrum einer 0.56 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, die bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  (nominell RT) entweder an der  $^{56}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$  Grenzfläche (Interface-Probe) (a) oder in der Mitte des 5.6 nm dicken  $^{56}\text{Fe}$ -Films auf InAs(001) (Center-Probe) aufgedampft wurde (b). Die Spektren wurden bei RT direkt nach der Herstellung gemessen. Rechts: zugehörige magnetische Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$ . An denselben Proben wurden später die NRIXS-Messungen durchgeführt, Abb. 3.11 bzw. Abb. 3.12.

Die beiden Proben wurden vor den NRIXS-Messungen mittels CEMS untersucht. Die beiden bei RT gemessenen CEM-Spektren sind in Abb. 3.10 gezeigt. Es sei darauf hingewiesen, dass in diesem Fall das gesamte Mössbauersignal ausschließlich von der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht herrührt, da für den restlichen Fe-Film das Isotop  $^{56}\text{Fe}$  verwendet wurde. (Bei den in Abschnitt 3.3.2 - 3.3.4 beschriebenen Proben trug ja das  $^{57}\text{Fe}$  im  $^{nat}\text{Fe}$  zu einem geringen Teil zum CEMS-Signal bei.) Beide CEM-Spektren haben Ähnlichkeit mit denjenigen von ungeordneten bcc-Fe-Legierungen. Die beiden CEM-Spektren wurden mit einer breiten Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern  $P(B_{hf})$  angepasst (Abb. 3.10 rechts). Die aus dieser Anpassung gewonnenen spektralen Mössbauerparameter sind in Tabelle 3.4 angegeben. Auch bei dieser Anpassung ist eine lineare Korrelation von  $B_{hf}$  und  $\delta$  in den fundamentalen Zeeman-Sextetts der Verteilung angenommen worden. Die magnetische Hyperfeinfeldverteilung der „Interface“-Probe besitzt ein Maximum (Peak- $B_{hf}$ ) bei 30.6(4) T, eine RMS-Verteilungsbreite (RMS- $B_{hf}$ ) von 27.0 T, ein mittleres magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  von 27.5(1) T, und läuft zu kleineren Werten hin langsam aus. Bei der Center-Probe ist das Maximum bei 32.3(4) T, die RMS-Verteilungsbreite bei 28.7 T, das mittlere magnetische Hyperfeinfeld bei 29.1(1) T und die Verteilung ist viel schärfer als bei der Interface-Probe. Die Werte der Center-Probe sind im

Vergleich zu reinem bulk bcc-Fe (33.0 T) nur etwas kleiner. Die leichte positive Isomerieverschiebung, die sich aus den Anpassungen ergeben haben (mit 0.14(6) mm/s für die Interface-Probe und 0.10(5) mm/s für die Center-Probe), sind etwas kleiner als die vergleichbaren Werte aus dem vorherigen Abschnitt 3.3, was wahrscheinlich daran liegt, dass jetzt nur mit einer einzigen  $P(B_{hf})$ -Verteilung angepasst wurde und somit ein Mittelung aus den Werten für die  $P(B_{hf})$ -Verteilung der Fe/InAs(001)-Grenzfläche und der Verteilung für bcc bulk-Fe vorliegt. Wie auch schon zuvor erwähnt wurde, deutet die leichte positive Isomerieverschiebung auf eine geringe Abnahme der s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kern im Vergleich zu massivem bcc-Fe hin.

Auch bei diesen Proben sind in den magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen keine Peaks bei niedrigen magnetischen Hyperfeinfeldern ( $B_{hf} \approx 0$  T) zu erkennen, so dass wir auch hier sagen können, dass auch in diesen Proben keine „magnetisch tote Schicht“ an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche vorhanden ist. Mit dem üblichen Konversionsfaktor  $\sim 15 \text{ T}/\mu_B$  [71, 72] ergeben sich aus den mittleren magnetischen Hyperfeinfeldern ein magnetisches Moment von  $\sim 1.8 \mu_B$  für die Interface- und  $\sim 1.9 \mu_B$  für die Center-Probe. Im Vergleich zu dem Wert für bcc bulk-Fe mit  $2.2 \mu_B$  ist das zwar 15 % kleiner, aber immer noch relativ groß. Da es also keine diamagnetische oder paramagnetische Grenzflächenphase gibt, sollte die Spininjektion von Fe ins InAs nicht behindert sein.

Tabelle 3.4: Die aus den CEM-Spektren der Abb. 3.10 ermittelten spektralen Mössbauer-Parameter. Die Proben besitzen eine 4-ML dicken  $^{57}\text{Fe}$  Sonden-schicht, die einmal direkt an der  $^{56}\text{Fe}/\text{InAs}$ -Grenzfläche (interface) und einmal in der Mitte (center) eines 5.6 nm dicken  $^{56}\text{Fe}$ -Films auf InAs(001) bei  $T_S \sim 40$  aufgewachsen wurden. Die CEM-Spektren wurden bei RT direkt nach der Probenherstellung aufgenommen. Mit Peak- $B_{hf}$  ist die Position des Maximums der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  und mit RMS- $B_{hf}$  die RMS-Verteilungsbreite („root mean square“). Die übrigen spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 3.1 erklärt.

	Peak- $B_{hf}$	$\langle B_{hf} \rangle$	RMS- $B_{hf}$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$
	(T)	(T)	(T)	(mm/s)	(mm/s)		(°)
<b>interface</b>	30.6(4)	27.5(1)	27.0	0.14(6)	-0.02(1)	4.0(1)	86(7)
<b>center</b>	32.3(4)	29.1(1)	28.7	0.10(5)	-0.02(1)	4.0(1)	90(7)

Aus den gemessenen Intensitätsverhältnissen  $I_{2(5)}/I_{3(4)}$  der Mössbauerlinien ergibt sich bei senkrechtem  $\gamma$ -Strahl-Einfall ein Winkel  $\langle\theta\rangle$  von  $86^\circ$  bzw.  $90^\circ$  für die Fe-Spins der Interface- bzw. der Center-Probe. Demnach liegt auch hier die Magnetisierung in der Ebene. Die Interface-Probe zeigt aufgrund der  $P(B_{hf})$ -Verteilung eine größere atomare Unordnung als die Center-Probe, was durch As-Diffusion in den Fe-Film hervorgerufen sein könnte (In-Interdiffusion ist wegen der Unlöslichkeit von In in bcc-Fe weniger wahrscheinlich). Die Mössbauerergebnisse der beiden Proben sind im Wesentlichen im Einklang mit den Ergebnissen der zuvor in Abschnitt 3.3.2 bis 3.3.4 diskutierten Proben; allerdings ist die Unordnung in den beiden  $^{57}\text{Fe}/^{56}\text{Fe}$ -Proben größer als in den vorherigen  $^{57}\text{Fe}/^{nat}\text{Fe}$ -Proben. Vor allem bei der Center-Probe hätte man eine viel schärfere  $P(B_{hf})$ -Verteilung erwartet, z.B. so wie sie in Abb. 3.7 (c) für eine  $^{57}\text{Fe}/^{nat}\text{Fe}$ -Probe gezeigt ist. Dies könnte möglicherweise daran liegen, dass  $^{56}\text{Fe}$  und nicht  $^{nat}\text{Fe}$  benutzt wurde. Der Verdacht liegt nahe, dass das  $^{56}\text{Fe}$  (besitzt laut Hersteller eine Reinheit von 99.94 at.% und ist auf 0.2 % an  $^{57}\text{Fe}$  verarmt) leicht verunreinigt gewesen sein könnte, womit sich die breiteren  $P(B_{hf})$ -Verteilungen in Abb. 3.10 erklären ließen. Die CEMS-Untersuchungen von F. Stromberg et al. [73] an  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten in  $^{56}\text{Fe}/\text{Si}$ -Vielfachschichten mit scharfen  $P(B_{hf})$ -Verteilungen beweisen jedoch, dass die  $P(B_{hf})$ -Verbreiterung nicht auf Verunreinigungen im  $^{56}\text{Fe}$  zurückgeführt werden können. Eine andere (wahrscheinlichere) Erklärung ist, dass bei der Präparation der Center-Probe dieses Kapitels verstärkt As-Atome in die  $^{56}\text{Fe}$ -Schicht eindiffundiert sind, z.B. durch eine ungewollt höhere reale Aufdampftemperatur bei der Probenpräparation.

## NRIXS-Ergebnisse und Diskussion

An diesen beiden Proben wurden gitterdynamische Untersuchungen mittels  $^{57}\text{Fe}$  kernresonanter inelastischer Streuung von Synchrotronstrahlen (NRIXS) durchgeführt. In Abb. 3.11 (a) und Abb. 3.12 (a) sind die bei RT gemessenen  $^{57}\text{Fe}$ -NRIXS-Spektren der Interface-Probe bzw. der Center-Probe (schwarze Linien) gezeigt. Zusätzlich ist die (wie in Abschnitt 2.7 beschrieben) gemessene Instrumentenfunktion (gestrichelte Linie) dargestellt. Die Spektren zeigen den intensitätsstarken zentralen Peak (Nullphononenlinie) und links bzw. rechts davon die schwächeren Phononen-„Flügel“. Es ist gut zu erkennen, dass die Anzahl der Counts bei positiven Anregungsenergien größer ist als bei negativen Anregungsenergien  $E - E_0$ . Das liegt daran, dass die Phononenerzeugung immer wahrscheinlicher ist als die Phononenvernichtung. Auffallend ist, dass im Spektrum der Interface-Probe (Abb. 3.11 (a)) keine scharfen Peaks, welche auf eine kristalline Struktur des Fe-Films hindeuten würden, zu erkennen sind. Die maximale Intensität in den elastischen Peaks, die in

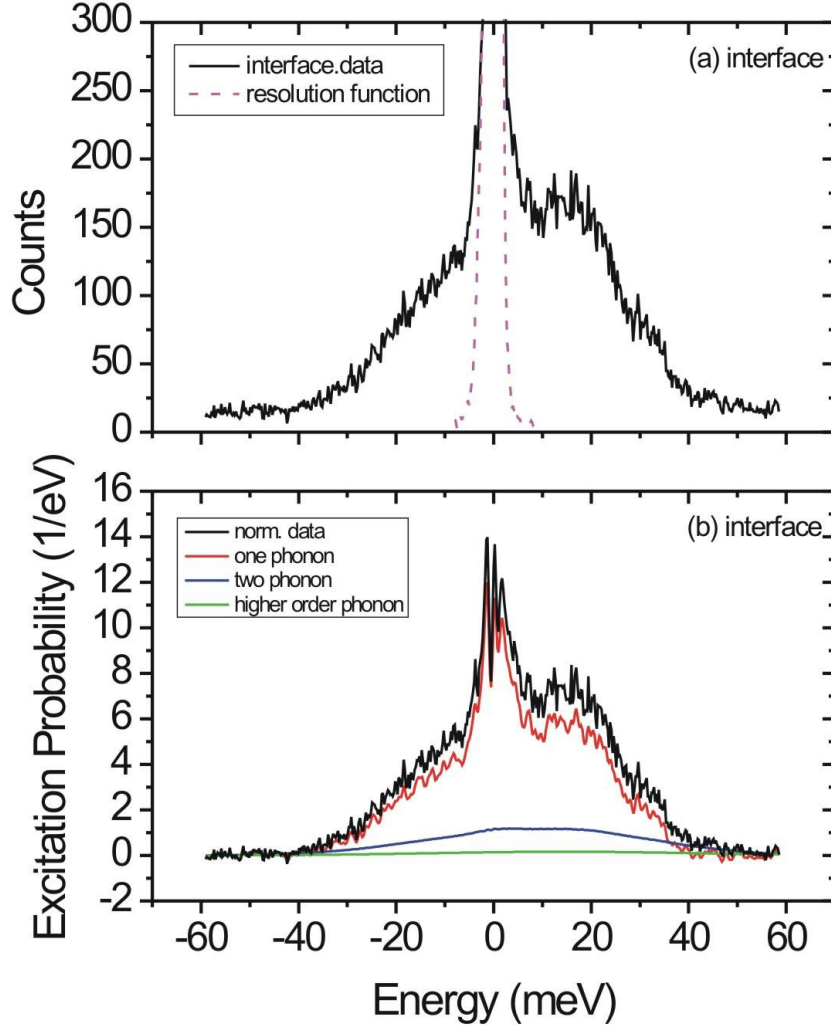


Abbildung 3.11: (a) Bei Raumtemperatur gemessene NRIXS-Spektren (Rohdaten) einer 0.56 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, direkt an der  $^{56}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$ -Grenzfläche (Interface-Probe). Die gemessene Instrumentenfunktion mit einer Breite (FWHM) von 1 meV ist ebenfalls gezeigt (gestrichelte zentrale Linie). (b) Anregungswahrscheinlichkeit nach Abzug des zentralen elastischen Peaks und Normierung sowie Zerlegung in den Ein-Phononen- (rote Linie), Zwei-Phononen- (blaue Linie) und Mehr-Phononen-Anteil (grüne Linie) für die Interface-Probe. Auf der Abszisse ist die Anregungsenergie  $E-E_0$  angegeben (hier:  $E$  = Photonenenergie,  $E_0$  = Kern-Übergangsenergie).

Abb. 3.11 (a) und Abb. 3.12 (a) abgeschnitten wurden, um den inelastischen Teil besser darzustellen, beträgt 11599 counts bei der Interface-Probe und 12514 counts bei der Center-Probe. Aus diesen Rohdaten wurde dann, wie in Abschnitt 2.7 beschrieben, mittels des Computerprogramms PHOENIX [48, 74] zuerst die Instru-



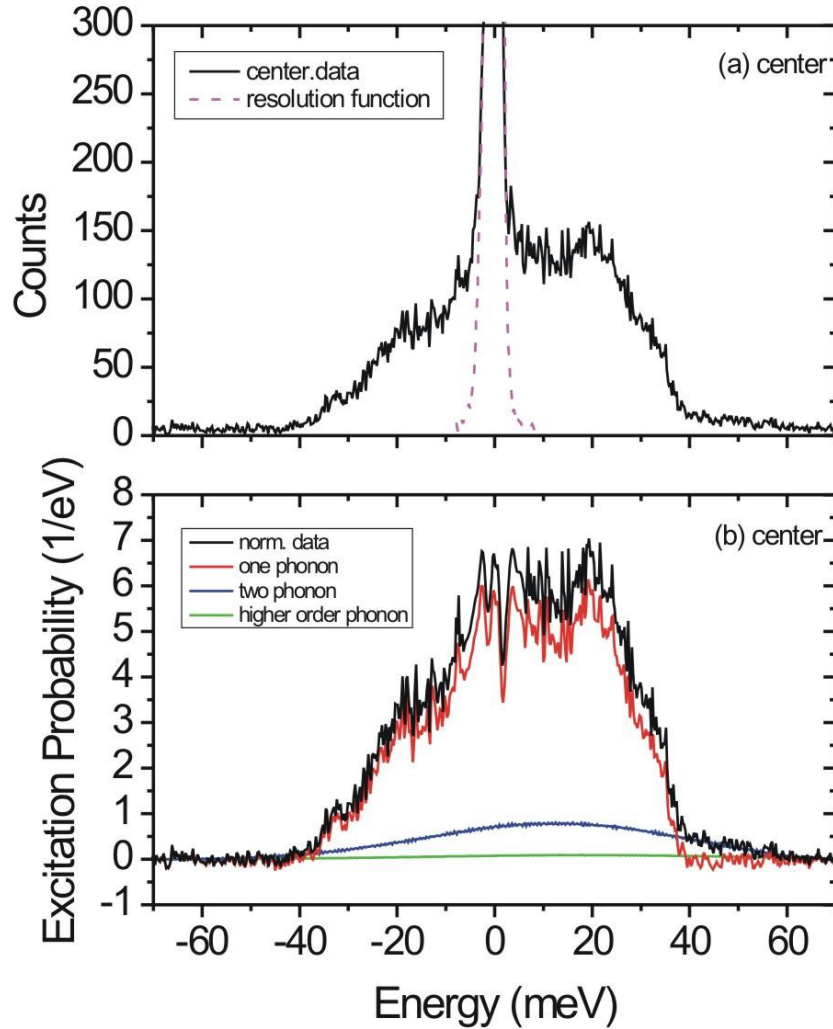


Abbildung 3.12: (a) Bei Raumtemperatur gemessene NRIXS-Spektren (Rohdaten) einer 0.56 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, in der Mitte der  $^{56}\text{Fe}$ -Schicht (Center-Probe). Die gemessene Instrumentenfunktion mit einer Breite (FWHM) von 1 meV ist ebenfalls gezeigt (gestrichelte zentrale Linie). (b) Anregungswahrscheinlichkeit nach Abzug des zentralen elastischen Peaks und Normierung sowie Zerlegung in den Ein-Phononen- (rote Linie), Zwei-Phononen- (blaue Linie) und Mehr-Phononen-Anteil (grüne Linie) für die Center-Probe. Auf der Abszisse ist die Anregungsenergie  $E - E_0$  angegeben (hier:  $E$  = Photonenenergie,  $E_0$  = Kern-Übergangsenergie).

mentenfunktion von dem elastischen Peak subtrahiert und das erhaltene Spektrum anschließend gemäß der Lipkinschen Summenregel normiert. Auf diese Weise erhält man die normierte Anregungswahrscheinlichkeit. Dies ist in Abb. 3.11 (b) für die Interface-Probe und in Abb. 3.12 (b) für die Center-Probe (schwarze Linien) gezeigt.

Diese Spektren lassen sich in verschiedene Phononenprozesse gemäß der Rekursionsformel (Gleichung (2.53)) zerlegen. Aus dem ermittelten Ein-Phononen-Anteil (rote Kurve in Abb. 3.11 (b) und in Abb. 3.12 (b)) lässt sich die Phononen-Zustandsdichte (PDOS)  $g(E)$  mit der Gleichung (2.54) berechnen (Die Energie  $E$  in  $g(E)$  ist jetzt die Phononenenergie). Dieses Verfahren ist genauer in [36, 42, 43, 74, 75] beschrieben. Weiterhin sind in der Abb. 3.11 (b) und Abb. 3.12 (b) die ermittelten Zwei-Phononen- (blaue Linie) und Mehr-Phononen-Beiträge (grüne Linie) eingezeichnet. Es ist dort zu erkennen, dass der Ein-Phononen-Prozess deutlich dominiert.

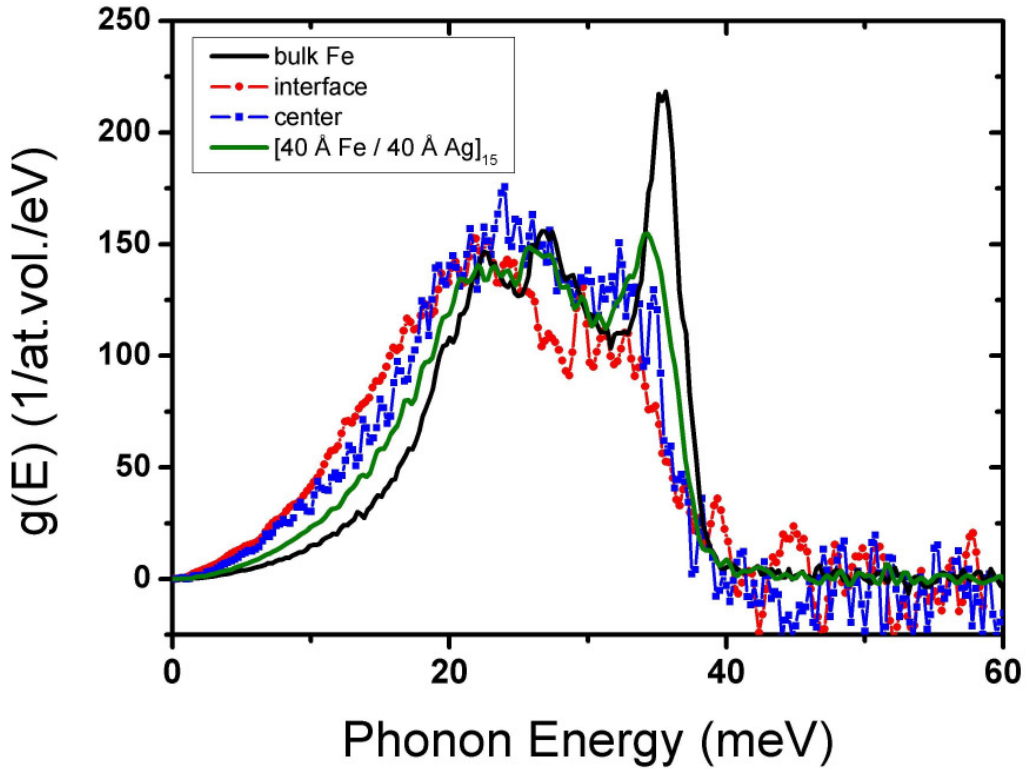


Abbildung 3.13: Die aus den NRIXS-Spektren (Abb. 3.11 und Abb. 3.12) bestimmte partielle (Fe-projizierte) Phononen-Zustandsdichte  $g(E)$  einer 0.56 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$  Sondenschicht direkt an der  $^{56}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$  Grenzfläche („Interface-Probe“, rote Kreise) (a) bzw. in der Mitte der  $^{56}\text{Fe}$ -Schicht („Center-Probe“, blaue Quadrate). Zum Vergleich wurde  $g(E)$  von bcc bulk-Eisen (schwarze Linie) und von einer  $^{57}\text{Fe}(4\text{ nm})/\text{Ag}(4\text{ nm})_{15}$ -Vielfachschicht (grüne Linie) gezeigt.

Die von dem Computerprogramm PHOENIX ausgegebene partielle Phononenzustandsdichte (PDOS)  $g(E)$  ist in Abb. 3.13 gezeigt, und zwar für die Interface-Probe (rote Kreise) und für die Center-Probe (blaue Quadrate). Zum Vergleich wurde auch die PDOS von bcc bulk-Fe (schwarze Linie) eingezeichnet. Bemerkenswert ist, dass die Phononenzustandsdichte der Interface-Probe keine scharfen Phononenmoden be-

sitzt, wie sie in kristallinen Strukturen normalerweise vorkommen und z.B. in der Phononenzustandsdichte von bcc bulk-Fe auch deutlich zu sehen sind. Des weiteren sind die Phononenmoden der Interface-Probe gegenüber denen von bcc bulk-Fe bei niedrigeren Energien stark erhöht, während andererseits der für bcc bulk-Fe typische longitudinal-akustische Phononen-Peak bei 36 meV stark unterdrückt und zu niedriger Energie hin verschoben ist. Allerdings liegt die obere Abschneideenergie unverändert bei ca. 40 meV. Die Phononenzustandsdichte der Center-Probe liegt mit ihrem generellen Verlauf her zwischen der PDOS der Interface-Probe und von bcc bulk-Fe. Die Erhöhung der Moden bei niedrigeren Energien ist bei der Center-Probe auch nicht ganz so stark ausgeprägt wie bei der Interface-Probe. Ferner ist der longitudinal-akustische Peak bei der Center-Probe deutlich erhöht im Vergleich zur Interface-Probe.

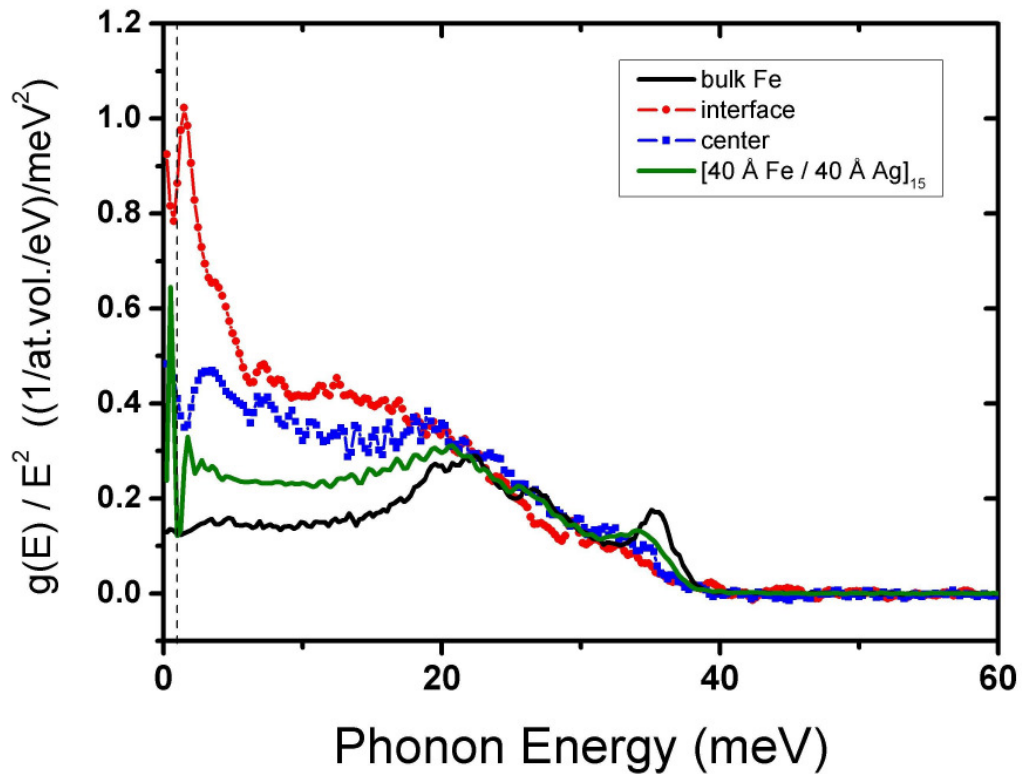


Abbildung 3.14: Die aus der partiellen (Fe-projizierte) PDOS (Abb. 3.13) bestimmte reduzierte Phononen-Zustandsdichte,  $g(E)/E^2$ , als Funktion der Phononenenergie  $E$  einer 0.56 nm dicken  $^{57}\text{Fe}$  Sonderschicht direkt an der  $^{56}\text{Fe}/\text{InAs}(001)$  Grenzfläche („Interface-Probe“, rote Kreise) bzw. in der Mitte der  $^{56}\text{Fe}$ -Schicht („Center-Probe“, blaue Quadrate). Zum Vergleich wurde die reduzierte PDOS von bcc bulk-Eisen (schwarze Linie) und von einer  $[^{57}\text{Fe}(4\text{ nm})/\text{Ag}(4\text{ nm})]_{15}$ -Vielfachschicht (grüne Linie) gezeigt.

Um zu verdeutlichen, dass es sich bei der starken Veränderung der PDOS der

Interface- und Center-Probe im Vergleich zur bcc bulk-Fe-Probe nicht um einen „Size-Effect“ des nur 44 ML (6.16 nm) dicken Fe-Films auf InAs(001) handelt, ist zusätzlich in Abb. 3.13 noch die partielle PDOS einer Fe/Ag-Vielfachschicht gezeigt. Die genaue Zusammensetzung dieser Probe ist  $\text{Cr}(5 \text{ nm}) / [^{57}\text{Fe}(4 \text{ nm}) / \text{Ag}(4 \text{ nm})]_{15} / \text{Si}(001)$ ; sie wurde bei  $T_S = \text{RT}$  mittels MBE hergestellt [76]. Die Fe-Schichtdicke (4 nm) ist sogar noch kleiner als die Fe-Dicke (6.16 nm) der Interface- bzw. Center-Probe, daher sollte sich ein „Size-effect“ erst recht in der Fe/Ag-Vielfachschicht bemerkbar machen. Dies ist jedoch nicht der Fall: die scharfen Peaks bleiben erhalten. In der partiellen PDOS der Fe/Ag-Vielfachschicht sind sogar noch ganz deutlich die scharfen Phononenmoden zu erkennen. Lediglich die longitudinale Phononenmode ist im Vergleich zur PDOS von bcc bulk-Fe etwas verringert, was am Confinement dieser Phononen liegt. Die longitudinalen Phononen im Fe finden keine Zustände im angrenzenden Ag, welches eine geringere Abschneidefrequenz als Fe besitzt (Energie-Fehlpass), und daher haben diese longitudinalen Phononen des Eisens keine Ausbreitungsmöglichkeit parallel zur Flächennormalen und werden deshalb unterdrückt [76]. Als Erklärung für das Verschwinden der scharfen Fe-Phononenpeaks bei der Interface-Probe (und im geringeren Maße bei der Center-Probe) kann daher nur starke strukturelle Unordnung sein. Es ist z.B. wohl bekannt, dass mit zunehmender Unordnung (z.B. durch ungeordnete Legierungsbildung oder (noch extremer) amorphe Phasenbildung) die Schärfe der PDOS-Peaks abnimmt bis hin zur völligen Unterdrückung scharfer Peaks im Falle von amorphen Fe-Legierungen [77].

Zur Unterstützung der Annahme von struktureller Unordnung ist in der Abb. 3.14 die reduzierte PDOS, d.h.  $g(E)/E^2$ , gezeigt. Diese Darstellung wird oft verwendet, um eine Abweichung vom Debye-Verhalten der PDOS bei niedrigen Energien besser zu sehen. Ein horizontaler Verlauf der Kurve würde einem Debye-artigen Verlauf der Zustandsdichte entsprechen. In Abb. 3.14 ist dies auch gut sowohl bei bcc bulk-Fe und bei der Fe/Ag-Vielfachschicht zu erkennen, wo der Verlauf der reduzierten PDOS unterhalb von ca. 15 meV fast horizontal ist. Diese Phononen verhalten sich also Debye-artig, wie man es bei kristallinen geordneten Festkörpern kennt. Die starken Oszillationen bei niedrigen Energien  $< 2 \text{ meV}$  kommen durch die begrenzte Energieauflösung der NRIXS-Messung von 1 meV und durch die Subtraktion der Instrumentenfunktion (zentrale Linie) zustande. Aber auch die reduzierte PDOS der Interface- und der Center-Probe verlaufen von ca. 8 - 15 meV beinahe horizontal. Allerdings ist im  $g(E)/E^2$ -Verlauf der Interface-Probe im Bereich zwischen  $\sim 2 \text{ meV}$  bis  $\sim 8 \text{ meV}$  ein starker Anstieg zu sehen, der physikalisch signifikant ist und ein Hinweis auf einen sog. Boson-Peak sein könnte, der generell bei amorphen oder stark ungeordneten Proben im niederenergetischen Bereich vorkommt. Dieses nicht-Debye-artige Verhalten der Phononen in der Interface-Probe könnte also

Tabelle 3.5: *Thermodynamische und elastische Eigenschaften der Fe/InAs(001)-Interface- und Center-Probe, die mit Hilfe des Computerprogramms PHOENIX [48, 74] aus den gemessenen NRIXS-Spektren 3.13 ermittelt wurden. Die Werte bei  $T = 0$  K wurden aus den Raumtemperaturwerten mittels der Debye-Theorie errechnet. Die Debye-Energie  $E_D = k_B \Theta_D$  ( $\Theta_D$  = Debye Temperatur) wurde aus dem f-Faktor bei Raumtemperatur (RT) errechnet. Zum Vergleich sind auch von Lübbbers et al. gemessene Werte für massives bcc-Fe angegeben [78].*

	center	interface	bcc bulk-Fe
f-Faktor bei RT	0.641(2)	0.685(1)	0.802(3)
$f_0$ = f-Faktor bei 0 K (gerechnet)	0.903(1)	0.907(1)	
mittleres Auslenkungsquadrat $\langle x^2 \rangle$ bei RT ( $\text{\AA}^2$ )	0.0083	0.0071	0.00413(7)
Debye Energie $E_D$ (meV) (gerechnet)	26.5(1)	28.8(1)	
Debye Temperature $\Theta_D$ (K) (gerechnet)	307(1)	335(1)	433(8)
mittlere Kraftkonstante $V$ (s) (N/m)	128(9)	135(15)	185(12)
mittlere kinetische Energie $T$ (s) bei RT (meV/atom)	13.9(3)	14.1(3)	83.4(20)
mittlere kinetische Energie $T_0$ (s) bei 0 K (gerechnet) (meV/atom)	5.8(2)	5.6(3)	
spezifische Wärmekapazität $C_V$ bei RT ( $k_B$ /atom)	2.79(4)	2.82(4)	2.70(4)
Schwingungsentropie $S_V$ bei RT ( $k_B$ /atom)	3.67(4)	3.64(3)	3.00(5)

auch durch eine verstärkte Durchmischung der Fe-Atome mit den Substratatomen (As und (weniger wahrscheinlich) In) herrühren. Dies wird auch durch die CEMS-Resultate (sehr breite Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  in Abb. 3.10 unterstützt. Für die Center-Probe ist der „Boson“-Peak viel weniger stark ausgeprägt als für die Interface-Probe, aber auch noch zu erkennen. Dies lässt die Interpretation zu, dass die strukturelle Unordnung in der Center-Probe viel geringer ist als in der Interface-Probe, in Einklang mit den CEMS-Ergebnissen (Abb. 3.10).

Aus den NRIXS-Spektren bzw. den PDOS können wichtige thermodynamische Größen berechnet werden. Diese Größen wurden aus den Daten ebenfalls mittels des Computerprogramms PHOENIX [48, 74] gewonnen und werden in Tabelle 3.5 aufgeführt. Dort ist der Lamb-Mössbauer oder f-Faktor der Fe-Atome bei  $T = RT$  und sein daraus berechneter Wert bei 0 K, das mittlere Auslenkungsquadrat  $\langle x^2 \rangle$  der Fe-Atome bei RT ( $\text{\AA}^2$ ), der errechnete Wert für die Debye-Energie  $E_D$  (meV) und der Debye-Temperatur  $\Theta_D$  (K), die mittlere Kraftkonstante  $V(\mathbf{s})$  (N/m), die mittlere kinetische Energie  $T(\mathbf{s})$  bei RT (meV/atom) und der berechnete Wert bei 0 K (meV/atom), die spezifische Wärmekapazität  $C_V$  bei RT ( $k_B$ /atom) und die Schwingungsentropie  $S_V$  bei RT ( $k_B$ /atom) angegeben, und zwar sowohl für die Interface-Probe als auch für die Center-Probe. Zum Vergleich sind in der Tabelle auch die entsprechenden Größen für bcc bulk-Fe aufgeführt [78]. Es ergeben sich deutliche Abweichungen vom Bulk-Verhalten.

Die hier beobachtete deutliche Erhöhung der Phononen-Zustandsdichte bei niedrigen Phononenenergien an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche könnte möglicherweise starke Auswirkung auf das elektronische 1/f-Rauschen in derartigen zukünftigen Bauelementen haben. In der Literatur wurde ein direkter Zusammenhang zwischen Phononenzustandsdichte  $g(E)$  und 1/f-Rauschen vorgeschlagen [79]. Die erhöhte Phononen-Zustandsdichte an der Fe/InAs-Grenzfläche sollte daher das 1/f-Rauschen verstärken.

### 3.5 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurden mittels MBE hergestellte epitaktische Fe(001)-Filme auf sauberen InAs(001)-(4×2)-Oberflächen hinsichtlich Wachstums und Struktur (LEED, RHEED) sowie Magnetismus ( $^{57}\text{Fe}$ -CEMS) untersucht. Bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  (nominell RT) wachsen die Fe-Filme im Volmer-Weber-Wachstumsmodus (mit 3D-Inselbildung) auf. Das Erscheinen der RHEED-Reflexe erst bei Fe-Bedeckungen von ca. 7 ML und darüber korreliert mit der Sättigung der Fe-Inseldichte, wie sie in der Literatur mittels STM gemessen wurde [62]. Die Messung der planaren Gitterkonstanten mit Hilfe von RHEED ergab, dass das Fe-Gitter in der Filmebene wegen der großen Fehlanpassung (-5.4 %) mit dem InAs(001)-(4×2)-Substrat im Anfangsstadium des Filmwachstums stark gedehnt ist und mit zunehmender Bedeckung zum Wert des Gitterparameters des massiven bcc-Fe hin relaxiert. Die Relaxation ist bei ca. 30 ML Fe abgeschlossen. Interessant ist, dass die planare Gitterrelaxation mit zunehmender Fe-Bedeckung in  $[1\bar{1}0]$ -Kristallrichtung schneller verläuft als in  $[110]$ -

Kristallrichtung. Dies kann mit dem in der Literatur [62] beschriebenen anfänglichen kettenförmigen Wachstum kleiner Fe-Inseln entlang der  $[110]$ -Richtung erklärt werden: In  $[1\bar{1}0]$ -Richtung sind die Fe-Inseln relativ frei und unbehindert und das Gitter kann schneller relaxieren als in  $[110]$ -Richtung. Diese anisotrope Gitterverzerrung setzt sich in dem wachsenden Fe-Film fort. Daraus resultiert wahrscheinlich auch die planare Winkelabhängigkeit der magnetischen Anisotropie, die hier nicht untersucht wurde, die aber von Xu et al. [52] mit magnetooptischen Kerr-Effekt (MOKE) und von Toliński et al. [61] mit ferromagnetischer Resonanz (FMR) beobachtet wurde. Die von Xu et al. [52] beobachtete harte Richtung der uniaxialen magnetischen Anisotropie in  $[110]$ -Richtung lässt sich aufgrund unserer RHEED-Ergebnisse mit der großen Gitterverzerrung in  $[110]$ -Richtung erklären.

Die CEMS-Ergebnisse an  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten im  $^{nat}\text{Fe}$ -Film zeigen, dass der Einfluss der Fe/InAs(001)-Grenzfläche in einer Entfernung von 20 ML zur Grenzfläche verschwindet. Diese Tiefe entspricht ungefähr der Fe-Dicke, ab der das Gitter des Fe-Films relaxiert ist. Das CEM-Spektrum der Fe/InAs-Grenzfläche ist gekennzeichnet durch eine breite Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$ , die typisch für atomar ungeordnete Fe-Legierungen ist. Es wird auch gezeigt, dass die Änderung der Wachstumstemperatur  $T_S$  im Bereich von  $-125\text{ }^\circ\text{C}$  bis  $+100\text{ }^\circ\text{C}$  keinen signifikanten Einfluss auf die Hyperfeinfeldverteilung ausübt. Alterungseffekte konnten nicht beobachtet werden. Das mittlere magnetische Hyperfeinfeld dieser ferromagnetischen Grenzflächenlegierung liegt bei RT im Bereich von 25 - 27 T. Unter Benutzung des für bcc-Fe-Legierungen üblichen Konversionsfaktor von  $15\text{ T}/\mu_B$  lässt sich daraus ein mittleres magnetisches Fe-Moment von ca.  $1.7 - 1.8\text{ }\mu_B/\text{Atom}$  abschätzen, welches im Vergleich zu massivem bcc-Fe mit  $2.2\text{ }\mu_B/\text{Atom}$  zwar kleiner, aber immer noch relativ hoch ist. Außerdem ist aufgrund der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung in meinen Proben keine (dia- oder paramagnetische) „magnetisch tote Schicht“ an der Grenzfläche zu erkennen. Diese Beobachtungen zeigen, dass die Fe/InAs(001)-Grenzfläche günstige Voraussetzungen für die elektrische Spininjektion bietet.

NRIXS-Messungen der Fe-projizierten Phononen-Zustandsdichte  $g(E)$  an 4 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichten, die in epitaktischen  $^{56}\text{Fe}(001)$ -Filmen auf InAs(001)- $(4\times 2)$  eingelagert waren, ergaben drastische Änderungen der Zustandsdichte (PDOS) an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche im Vergleich zu massivem bcc-Fe. Die an der Grenzfläche beobachtete Unterdrückung scharfer Phononen-Moden, die starke Erhöhung der Zustandsdichte bei niedrigen Phononenenergien und die Abweichung vom Debye-Verhalten bei niedrigen Phononenenergien sind charakteristische Eigenschaften ungeordneter Festkörper. Zusammen mit dem CEMS-Ergebnis liefert dieses Resultat einen starken Hinweis auf eine atomar ungeordnete (möglicherweise sogar amorphe)

ferromagnetische Fe-Legierung an der Fe/InAs(001)-Grenzfläche. Die beobachtete Erhöhung der PDOS im Bereich niedriger Phononenenergien erhöht die Anregungswahrscheinlichkeit niederenergetischer Phononen, was sich z.B. in der Erhöhung des elektrischen Grenzflächen-Widerstandes und des elektronischen  $1/f$ -Rauschens bei  $T \neq 0$  widerspiegeln könnte.



# Kapitel 4

## Suche nach elektrischer Spininjektion: (Fe/Tb)-Vielfachschicht-Kontakte auf p-InAs(001)

### 4.1 Einleitung

In diesem Kapitel wird der Versuch beschrieben, elektrische Spininjektion von ferromagnetischen Fe/Tb-Metall-Kontakten in p-InAs(001) optisch nachzuweisen. Angesichts thermodynamischer Überlegungen von Schmidt et al. [80] wird die elektrische Spininjektion im diffusiven Transportbereich in einem ferromagnetischen Metall/Halbleiter-System mit einem ohmschen Kontakt wegen dem großen Unterschied der elektrischen Leitfähigkeit in beiden Systemem (Leitfähigkeits-Fehlanpassung) verhindert. Allerdings zeigten M. Zwierzycki et al. [4] in ihrer theoretischen Arbeit über Fe/InAs(001), dass aufgrund des relativ großen spinabhängigen elektrischen Grenzflächenwiderstands ein spinabhängiger Potenzialabfall existiert und deshalb Spininjektion durch die Fe/InAs(001)-Grenzfläche möglich sein soll, obwohl es sich um einen ohmschen Kontakt handelt. Allerdings wurde bei den Berechnungen festgestellt, dass der Spinfiltereffekt an der Grenzfläche stark abnimmt, wenn an der Grenzfläche Unordnung existiert. Für eine effiziente Spininjektion von Eisen in InAs(001) ist demnach eine atomar scharfe, gut geordnete epitaktische Grenzfläche nötig. In der theoretischen Arbeit von Sacharow et al. [81] wurde ebenfalls eine hohe elektrische Spinpolarisation an einer idealen Fe(110)/InAs(011) Grenzfläche vorhergesagt. Ein experimenteller Nachweis der Injektion spinpolarisierter Elektronen mittels zirkular-polarisierten Elektrolumineszenz-Lichtes am System Fe(001)/InAs(001) bei einer Temperatur von 6.5 K und einem starken externen Magnetfeld von bis zu

10 T wurde von Ohno et al. [5] und Yoh et al. [82] geliefert. Wie schon in Kapitel 3.1 erwähnt, ist die Spininjektion von einem einfachen Metall (wie Fe) in einen Halbleiter nach der Arbeit von Dowben und Skomski [3] möglicherweise sogar effizienter als von einem Halbmetall aus.

Fe/Tb-Vielfachschichten sind bekannt dafür, dass sie eine starke senkrechte magnetische Anisotropie besitzen können [8, 9]. Für die senkrechte Anisotropie in der Fe/Tb-Vielfachschicht besitzt die Fe/Tb-Grenzfläche große Bedeutung, da die Ursache für die senkrechte Anisotropie wahrscheinlich die sog. Einionenanisotropie in den Fe/Tb-Grenzflächenregionen [8] ist. In den Fe/Tb-Vielfachschichten gibt es zum einen die Fe/Tb-Grenzflächen, die eine senkrechte Anisotropie bevorzugen, und zum anderen das Innere der Fe-Schichten, welches wegen der Formanisotropie eine Magnetisierungs-Orientierung in der Ebene bevorzugt. Das Zusammenspiel dieser beiden Effekte ist stark temperaturabhängig, und der senkrechte Anteil wird immer größer je niedriger die Temperatur wird. An diesem System lassen sich temperaturabhängige Spin-Reorientierungsübergänge beobachten [9]. Eine Kombination der beiden Eigenschaften, also der hohen Fe-Spinpolarisation und der senkrechten Anisotropie, gibt vielleicht die Möglichkeit, Spininjektion in Remanenz durchzuführen. Deshalb wird in diesem Kapitel zunächst über die erfolgreiche Herstellung und Charakterisierung von ferromagnetischen Fe/Tb-Vielfachschicht-Kontakten mit senkrechter magnetischer Anisotropie auf sauberen und gut geordneten InAs(001)-Oberflächen berichtet. Dafür wurde bei  $\sim 40^\circ\text{C}$  (nominell Raumtemperatur) zunächst ein dünner epitaktischer  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Film auf die saubere InAs(001)- $(4\times 2)$ -Oberfläche mittels MBE aufgedampft. Auf diesem epitaktischem Fe-Film wurde anschließend eine polykristalline Fe/Tb-Vielfachschicht aufgebracht. Mit CEMS und der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschichtmethode wurde dann die Fe-Spinstruktur bei RT, 77 K und 10 K untersucht. Darüber hinaus wurde an diesen Proben auch SQUID-Magnetometrie durchgeführt. Die Ergebnisse werden zeigen, dass es sich bei Fe/Tb-Vielfachschicht-Kontakten auf InAs(001) um einen möglichen Kandidaten für Spininjektion in Remanenz handelt.

In der vorliegenden Arbeit wurde versucht, die elektrische Spininjektion in Remanenz über den Nachweis zirkular-polarisierten Elektrolumineszenz-Lichtes zu beobachten. Allerdings erwies sich die Probenherstellung u.a. wegen der notwendigen lateralen Mikrostrukturierung der Kontakte als ziemlich kompliziert und störanfällig, so dass nur Indizien für eine mögliche Spininjektion gefunden wurden. Dabei zeigte sich deutlich, wie wichtig die von Zwierzycki et al. [4] diskutierte Fe/InAs-Grenzflächenbeschaffenheit ist. Wir werden sehen, dass gut messbare Elektrolumineszenzsignale nur bei *p*-InAs(001)-Proben mit einer zusätzlichen epitaktisch gewachsenen In-

As(001)-Epischicht auf dem p-InAs(001)-Wafer beobachtet werden konnten. In dem p-dotierten InAs sind genügend Löcher vorhanden, mit denen die injizierten spinpolarisierten Elektronen aus dem Fe rekombinieren können. Mit diesem Licht könnte dann über die zirkulare Polarisation des Elektrolumineszenz-Lichtes die elektrische Spininjektion nachgewiesen werden. In diesem Zusammenhang ist wichtig, dass sich im Falle von Fe/p-InAs(001) bei tiefer Temperatur eine kleine Schottky-Barriere bemerkbar macht [59] im Gegensatz zu Fe/InAs(001) wo ein ohmscher Kontakt vorliegt [83]. Durch die Schottky-Barriere bei Fe/p-InAs(001) müssen die Elektronen tunneln, um ins InAs zu gelangen. Diese Schottky-Barriere ist auch bei den elektrischen Messungen, die im Kapitel 4.4.1 gezeigt sind, zu sehen. Diese beiden Eigenschaften könnten die elektrische Spininjektion und deren optischen Nachweis ermöglichen. Aus diesem Grunde wurde p-InAs(001) als Substrat für die optischen Versuche benutzt.

## 4.2 Wachstum und strukturelle Eigenschaften von Tb/Fe/p-InAs(001)

Über das Wachstum und die Struktur von Fe/Tb-Vielfachschichten wurde in der Literatur oft berichtet [9, 84, 85, 86]. Allerdings wurde noch nie p-InAs(001) als Substrat verwendet. Hier interessierten ja besonders die elektrischen Eigenschaften der spontan senkrecht magnetisierten Fe/Tb-Vielfachschicht auf p-InAs(001) mit dem Ziel, die Spininjektion in Faraday-Geometrie ohne ein externes Magnetfeld zu beobachten. Zuerst musste untersucht werden, ob und wie die Herstellung der Fe/Tb-Vielfachschichten mit senkrechter Anisotropie auf p-InAs(001) möglich ist, so dass im folgenden zunächst das Wachstumsverhalten und die Struktur der Fe/Tb-Vielfachschichten beschrieben werden.

Der Übersichtlichkeit halber sind in Tabelle 4.1 die untersuchten Proben mit ihren nominellen Probenstrukturen und Bezeichnungen aufgeführt. Wie schon gesagt, wurden alle Tb/Fe-Proben auf p-InAs(001) aufgewachsen und mit einer Cr-Schutzschicht versehen. Teilweise wurde auf der InAs-Vorderseite partiell und lateral noch eine Isolatorschicht aus SiO<sub>2</sub> oder Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> zwischen der Fe/Tb-Vielfachschicht und dem p-InAs(001) (siehe Abb. 4.6) aufgebracht. Dies trifft für die Proben #rp095, #rp096, #rp105, #rp106, #rp126, #rp130 und #rp132 zu. Bei diesen Proben ist zusätzlich zu der partiellen Isolatorschicht auch noch ein AuZn-Rückkontakt aufgedampft worden, um ohmsche Kontakte auf der Rückseite der InAs-Substrats sicherzustellen. Ein Unterschied in den magnetischen Eigenschaften aller dieser Proben war aber nicht zu erkennen. Weitere Einzelheiten zur Herstellungsprozedur und wei-

Tabelle 4.1: *Liste der nominellen Probenstrukturen und Bezeichnungen der Proben, die im Kapitel 4 untersucht wurden.*

Probe
<b>#rp079</b> gezeigt in Abb. 4.1, 4.4, 4.5 und Tab.4.2 $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp080</b> gezeigt in Abb. 4.1, 4.4, 4.5 und Tab.4.2 $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.04 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(0.56 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp083</b> gezeigt in Abb. 4.1, 4.4, 4.5 und Tab.4.2 $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp095</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.6, 4.7 und Tab.4.3 $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp096</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.6, 4.7 und Tab.4.3 $\text{Cr}(5.8 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$ , SQUID
<b>#rp105</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.9, 4.10, 4.11 und Tab.4.4 $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.0 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.0 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp106</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.9, 4.10 und Tab.4.4 $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$ , SQUID
<b>#rp126</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.9, 4.10, 4.11 und Tab.4.4 $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_5/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_5/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp130</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.9, 4.10, 4.11 und Tab.4.4 $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[^{57}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})]_{10}/^{57}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{InAs}(001)/\text{p-InAs}(001)$
<b>#rp132</b> mit AuZn-Rückkontakt und partieller $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht, gezeigt in Abb. 4.9, 4.10, 4.11 und Tab.4.4 $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})]_{10}/^{57}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$ , SQUID

tergehende Diskussionen werden im Abschnitt 4.4 „Prozessierung“ beschrieben.

Der generelle Probenaufbau ist in der schematischen Abbildung 4.1 gezeigt. Als Substrat wurde p-InAs(001) verwendet, darauf ist eine Fe/Tb-Vielfachschicht aufgebracht, welche mit Cr abgedeckt wurde. In Abb. 4.1 (a) ist eine Probe ohne  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht mit einer zehnfachen Schichtpaarwiederholung der dünnen Fe/Tb-Vielfachschicht gezeigt. Die Notation der Probe ist  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$ . In Abb. 4.1 (b) ist eine Probe mit einer  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht

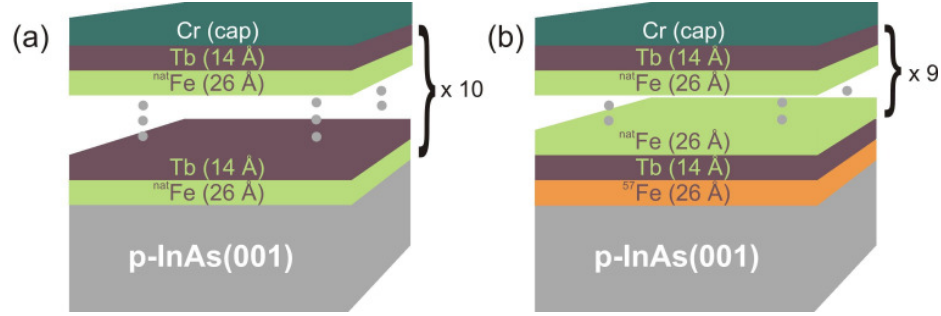


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der nominellen Probenstruktur. Als Substrat wurde p-InAs(001) verwendet, darauf ist eine Fe/Tb-Vielfachschicht aufgedampft, welche mit Cr abgedeckt wurde. In (a) ist eine Probe ohne  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht (nur natürliches Fe) mit einer zehnfachen Schichtpaarwiederholung gezeigt. Die Notation der Probe ist  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$ . In (b) ist eine Probe mit einer  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht an der Grenzfläche zum p-InAs(001) mit einer darauffolgenden Tb-Schicht und eine neunfachen Schichtpaarwiederholung mit  $^{\text{nat}}\text{Fe}$  und Tb gezeigt. Die Notation der Probe wäre  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{{}^{57}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$ .

an der Grenzfläche zum p-InAs(001) mit einer darauffolgenden Tb-Schicht und einer neunfachen Schichtpaarwiederholung mit  $^{\text{nat}}\text{Fe}$  und Tb gezeigt. Die Notation der Probe ist  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{{}^{57}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$ . In der Tabelle 4.1 ist zu erkennen, dass die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in verschiedenen Tiefen bei unterschiedlichen Dicken der Fe-Filme innerhalb der Probe eingelagert wurde. Auf diese Weise lassen sich unsere Ergebnisse mit den in der Literatur beschriebenen magnetischen Eigenschaften von Fe/Tb-Vielfachschichten (allerdings auf anderen Substraten) vergleichen, wie z.B. die senkrechte Anisotropie bei tiefen Temperaturen.

Untersucht wurden aufgrund der Vorkenntnisse über die magnetischen Eigenschaften [9, 84, 85, 86] nur Fe/Tb-Vielfachschichten mit den folgenden Schichtdicken. Zum einen wurden zehn Schichtpaare mit Tb-Schichtdicken  $t_{\text{Tb}} = 1.4 \text{ nm}$  und Fe-Schichtdicken  $t_{\text{Fe}} = 2.6 \text{ nm}$  benutzt, wofür im folgenden die Notation  $[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}$  verwendet wird. Die tief gestellte Zahl gibt die Anzahl der Schichtpaarwiederholungen an. Diese Kombination besitzt laut Literatur [9, 84, 85, 86] ein sehr großes Koerzitivfeld, aber die remanente Magnetisierung bei tiefen Temperaturen ist nicht groß. Zum zweiten wurden zehn Schichtpaare mit den Schichtdicken  $t_{\text{Tb}} = 2.6 \text{ nm}$  und  $t_{\text{Fe}} = 4.0 \text{ nm}$ , kurz geschrieben  $[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_{10}$ , benutzt. Diese Proben haben ein kleineres Koerzitivfeld, dafür aber eine größere remanente Magnetisierung bei tiefen Temperaturen. Das Wachstum ist in beiden Fällen ähnlich.

Wie später gezeigt wird, wächst die erste Fe-Schicht auf dem sauberen p-InAs(001)-Substrat epitaktisch auf. Die nachfolgende Tb-Schicht wächst dann polykristallin auf und somit dann auch die weiteren Schichten. Die Wachstumseigenschaften dünner Fe/Tb-Vielfachschichten auf undotiertem InAs(001)-Substrat wurden von uns bereits publiziert [87]. Deshalb wird im folgenden nur das Wachstumsverhalten der Fe/Tb-Vielfachschicht auf p-InAs(001) beschrieben. Es ergeben sich nur geringfügige Unterschiede beim Wachstum auf diesen beiden Substraten. Die meisten Proben wurden auch auf p-InAs(001) hergestellt, da dies für die späteren elektrischen und optischen Messungen erforderlich war.

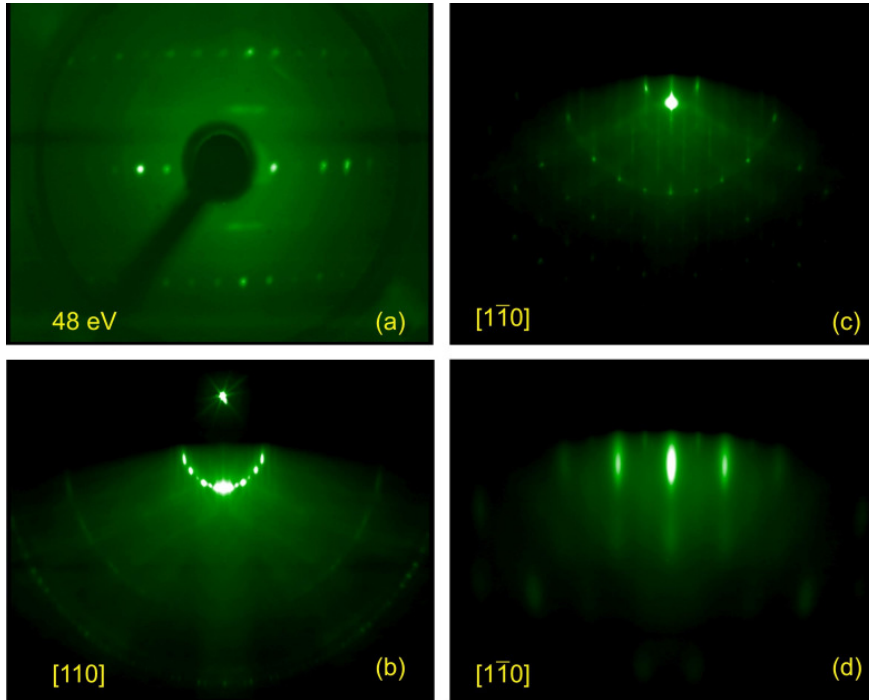


Abbildung 4.2: Elektronenbeugungsbilder der sauberen p-InAs(001)-Oberfläche ((a)-(c)) bzw. der ersten epitaktisch aufgewachsenen Fe(001)-Schicht (d). In (a) ist das LEED-Bild bei einer Elektronenstrahlenergie von 48 eV zu sehen. Die RHEED-Bilder (b)-(d) wurden bei einer Energie von  $E = 10$  keV und einem Emissionsstrom von  $I_A = 25$   $\mu$ A aufgenommen. Die saubere p-InAs(001)-Oberfläche wurde mit dem einfallenden Elektronenstrahl entlang der [110]-Azimutrichtung (b) und entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung (c) untersucht. In (d) ist das RHEED-Bild entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung nach Aufdampfen der ersten Fe-Schicht mit 2.6 nm-Dicke in der Probe #rp079 gezeigt.

Für die Herstellung der Proben stand das bereits in Kapitel 2.3 beschriebene UHV-System zur Verfügung. Die Säuberung der Substratoberfläche erfolgte wie in Kapitel 3.2 beschrieben; dabei spielte es beim Säubern der Oberfläche keine Rolle, ob die Wafer dotiert oder undotiert waren. Die p-dotierten Wafer wurden von der

Fa. Wafer Technology Ltd. mit der Kennzeichnung „epi-ready“ gekauft und waren mit Zn dotiert. Dabei wurden zwei verschieden hohe Zn-Dotierungen benutzt: „low zinc“-Dotierung mit  $\text{ca. } 2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  und „high zinc“-Dotierung mit  $2\text{--}6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ . Nach der Säuberung der p-dotierten Wafer wurde dann die Fe/Tb-Vielfachschicht, unter den in Kapitel 3.2 beschriebenen Bedingungen, aufgebracht.

In Abb. 4.2 (a)-(c) sind Elektronenbeugungsbilder der sauberen p-InAs(001)-Oberfläche zu sehen. Aufgrund dieser Bilder, die sehr ähnlich zu den Elektronenbeugungsbildern in Abb. 3.1 (Kapitel 3.2) sind, kann auch hier von einer sauberen und gut geordneten p-InAs(001)-(4×2)-Oberfläche ausgegangen werden. In Abb. 4.2 (d) ist das RHEED-Bild der ersten auf dem p-InAs(001) gewachsenen Fe(001)-Schicht dargestellt. Anhand der Anordnung der Reflexe wird deutlich, dass diese Schicht epitaktisch aufgewachsen ist.

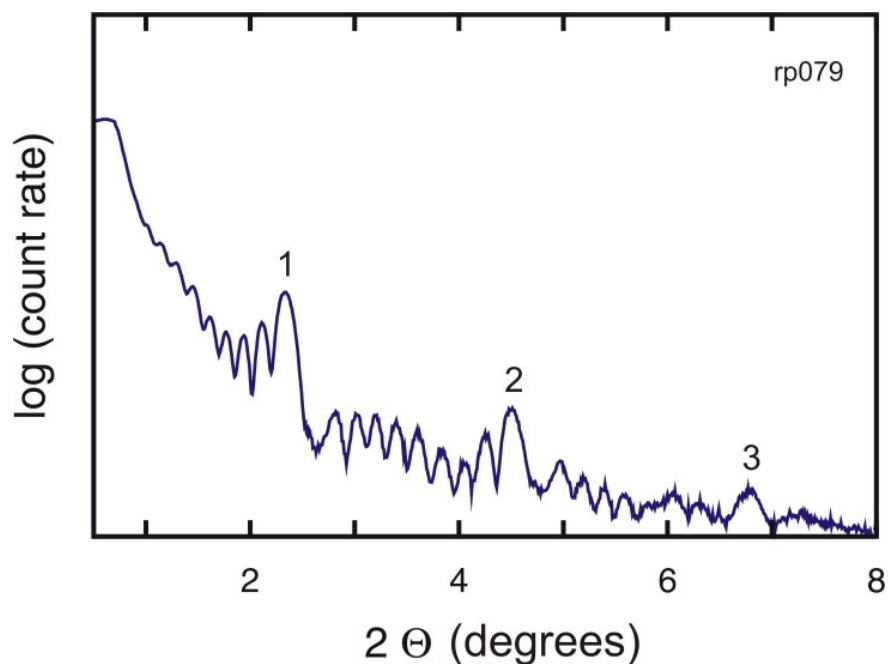


Abbildung 4.3: Typisches Kleinwinkel-Röntgenbeugungsdiagramm einer Fe/Tb-Vielfachschicht (Probe #rp079) mit der nominellen Probenstruktur  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{57}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$ . Es sind Überstruktur-Peaks bis zur dritten Ordnung zu erkennen. Die schnellen Oszillationen sind Gesamtschichtdicken-Oszillationen ( $\text{Cu-K}_\alpha$ -Strahlung).

Nach dem Aufdampfen der Fe/Tb-Vielfachschichten wurden die Proben ex-situ mit Kleinwinkel-Röntgenbeugung untersucht. Das in Abb. 4.3 gezeigte Kleinwinkel-Röntgenbeugungsdiagramm ist ein typisches Beispiel für diese Proben. Es sind deutlich drei Überstrukturpeaks zu sehen, die von der Vielfachschicht-Periode hervorge-

rufen werden. Die kurzen Oszillationen sind Gesamtdickenoszillationen. Aus den Positionen der Überstrukturpeaks kann eine Vielfachschichtperiode von 4.06 nm bestimmt werden, welche sehr gut mit dem nominellen Wert von 4.0 nm übereinstimmt. Zudem deuten die drei ausgeprägten Überstrukturpeaks auf relativ scharfe Grenzflächen und wenig Fe-Tb-Durchmischung hin. Das Vorhandensein der schnellen Gesamtschichtdicken-Oszillation beweist, dass die unterste und oberste Filmfläche flach und die gesamte Filmdicke homogen ist. Letztendlich kann bezüglich des Wachstums gesagt werden, dass kein Unterschied in den Röntgenbeugungsdiagrammen der Fe/Tb-Vielfachschichten auf p-dotierten InAs(001) oder auf undotiertem InAs(001) [87] festzustellen war. Das Wachstum der dickeren [Tb(2.6 nm)/Fe(4.0 nm)]<sub>10</sub>-Vielfachschicht verhielt sich ebenfalls ähnlich: Die erste Fe-Schicht wächst epitaktisch als Fe(001) auf und die nachfolgenden Tb/Fe-Schichten sind polykristallin.

### 4.3 Magnetische Eigenschaften

In diesem Abschnitt werden die magnetischen Eigenschaften der beiden Fe/Tb-Vielfachschichten vorgestellt. Wie schon im vorherigen Abschnitt werden hier wieder die Ergebnisse der Fe/Tb-Vielfachschichten auf p-InAs(001) gezeigt. Einige magnetische Eigenschaften der Fe/Tb-Vielfachschicht auf undotiertem InAs(001) wurden von uns bereits in Referenz [87] beschrieben.

#### 4.3.1 Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschicht

##### CEMS-Messungen bei Raumtemperatur

In Abbildung 4.4 sind drei CEM-Spektren von Proben mit unterschiedlichem <sup>57</sup>Fe-Gehalt gezeigt, die alle bei RT gemessen wurden. Die Messung erfolgte genau wie in Abschnitt 3.3 beschrieben mit senkrechtem  $\gamma$ -Strahlen-Einfall relativ zur Filmfläche. In Abb. 4.4 (a) bestanden alle 2.6 nm dicken Fe-Schichten homogen aus <sup>57</sup>Fe, damit ist die nominelle Probenstruktur Cr(5.6 nm)/[Tb(1.4 nm)/<sup>57</sup>Fe(2.6 nm)]<sub>10</sub>/p-InAs(001) (Probe #rp083). Für die Spininjektion vom Metall in den Halbleiter ist aber die direkte Fe/p-InAs-Grenzfläche bedeutend, daher ist in der Probe der Abb. 4.4 (b) nur für die erste 2.6 nm dicke Fe-Schicht <sup>57</sup>Fe verwendet worden; dies ergibt folgende nominelle Probenstruktur (Probe #rp079): Cr(5.6 nm)/[Tb(1.4 nm)/<sup>nat</sup>Fe(2.6 nm)]<sub>9</sub>/Tb(1.4 nm)/<sup>57</sup>Fe(2.6 nm)/p-InAs(001). Um noch gezieltere Informationen über die Fe/p-InAs-Grenzfläche zu erhalten, wurde dann in einer weiteren Probe nur für die ersten 0.56 nm (4-ML) der ersten 2.6 nm dicken Fe-Schicht das Isotop <sup>57</sup>Fe verwendet; sie besitzt folgende nominelle Probenstruktur: Cr(5.6 nm)/



$[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{nat}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{nat}\text{Fe}(2.04 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(0.56 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$ . Das CEM-Spektrum dieser Probe (#rp080) ist in Abb. 4.4 (c) gezeigt. Allerdings trägt bei dieser Messung das  $^{57}\text{Fe}$  im natürlichen Fe der restlichen  $^{nat}\text{Fe}/\text{Tb}$ -Vielfachschicht zu ca. 51 % zum CEM-Signal bei, während die dünne  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Sondenschicht an der Grenzfläche mit ca. 49 % beiträgt. Die Messzeiten für die aufgenommenen CEM-Spektren betrugen für die Proben #rp083 und #rp079 ca. 20 h und für die Probe #rp080 ca. 140 h bei einer Aktivität der  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$ -Quelle von  $\sim 20 \text{ Bq}$ . Dies ergab eine ausreichend gute Statistik.

Die CEM-Spektren der Abb. 4.4 sind alle Zeeman-aufgespalten und wurden, wie die CEM-Spektren aus Abschnitt 3.3, ebenfalls mit zwei Unterspektren mit Hilfe des Computerprogramms NORMOS von R. A. Brand [70] angepasst. Das erste Zeeman-Sextett besitzt immer relativ scharfe Linien, entsprechend einer schmalen Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern,  $P(B_{hf})$ , und beschreibt den Eisenanteil mit den spektralen Parameter von nahezu ungestörtem bcc-Fe. Das zweite Zeeman-Sextett mit breiter  $P(B_{hf})$ -Verteilung wird wieder den Fe-Atomen in den Grenzflächenregionen zugeordnet und beschreibt Fe-Atome mit chemischer Unordnung in ihrer Nachbarschaft. Es besitzt breite asymmetrische Linien und wurde daher auch hier mit einer breiten Verteilung von magnetischen Hyperfeinfeldern,  $P(B_{hf})$ , angepasst. Außerdem wurde für das zweiten Zeeman-Sextett wieder eine lineare Korrelation von magnetischem Hyperfeinfeld  $B_{hf}$  und der Isomerieverschiebung  $\delta$  angenommen, um eine gute Anpassung zu bekommen. Die beiden erhaltenen magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen, die jeweils rechts von den CEM-Spektren abgebildet sind (Abb. 4.4), sind denen aus Kapitel 3 ähnlich. Es ist wieder kein Peak nahe  $B_{hf} \approx 0 \text{ T}$  zu sehen, was ein Beweis dafür ist, dass an keiner Grenzfläche eine „magnetisch tote Schicht“ vorhanden ist.

Die aus den Anpassungen ermittelten spektralen Mössbauerparameter sind in Tabelle 4.2 angegeben. In Abb. 4.4 (a) fällt sofort auf, dass die Mössbauerlinien #2 und #5 eine deutlich niedrigere relative Intensität besitzen als in den CEM-Spektren in Kapitel 3, Abbildungen 3.6 - 3.8. Eine Verringerung der relativen Intensitäten dieser beiden Mössbauerlinien bedeutet, dass die leichte magnetische Richtung nicht mehr in der Ebene, sondern senkrecht dazu liegt. Aus den Anpassungen ergibt sich für die Probe #rp083 ein Intensitätsverhältnis  $I_{2,5}/I_{3,4}$  von 0.3(1) beim scharfen bcc-Sextett bzw. 1.2(1) beim verbreiterten Grenzflächen-Spektrum, was gemäß Gl. (2.47) einem mittleren Verkippungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $22(7)^\circ$  bzw.  $43(7)^\circ$  relativ zur Flächennormalen entspricht. Dies ist auch erwartet worden, da Fe/Tb-Vielfachschichten für ihre senkrechte magnetische Anisotropie bekannt sind [9, 84, 85, 86]. Da die Fe-Schichten in Probe #rp083 alle homogen mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert waren, mittelt die CEMS-

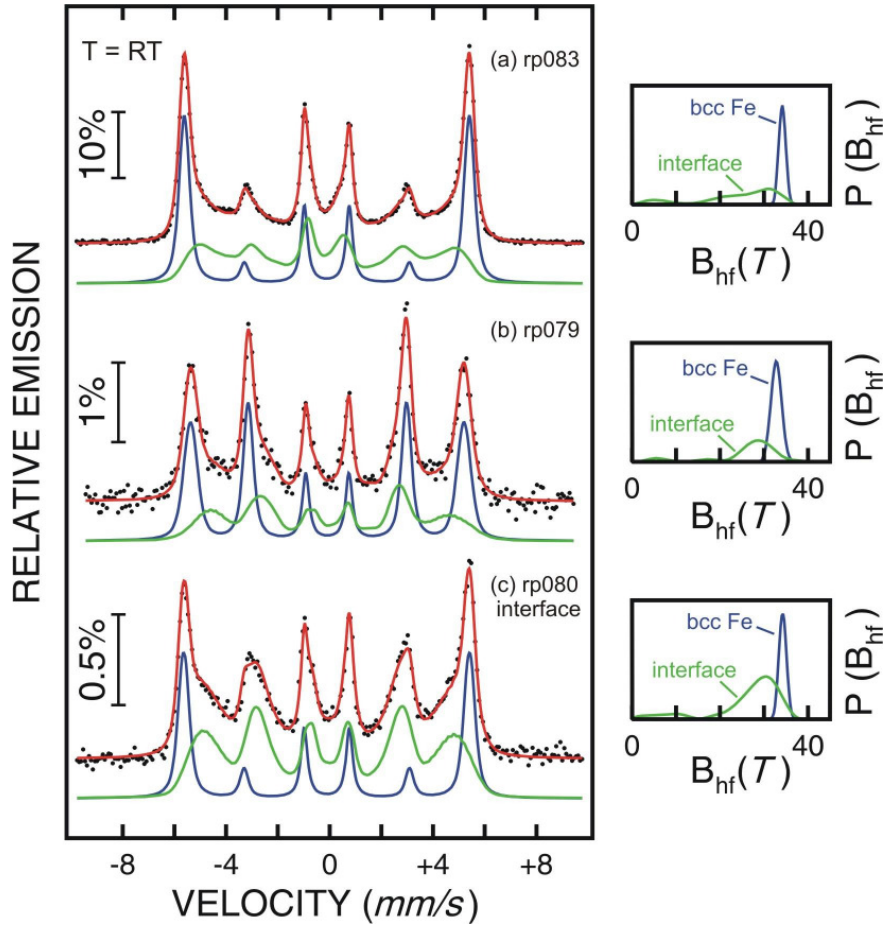


Abbildung 4.4: Bei RT gemessene CEM-Spektren von Fe/Tb-Vielfachschichten mit unterschiedlich großem  $^{57}\text{Fe}$ -Gehalt auf p-InAs(001). Die gemessenen Proben sind (a) #rp083, (b) #rp079 und (c) #rp080 (siehe Tabelle 4.2). Die Probe #rp080 besaß eine 0.56 nm (4 ML) dicke  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Sondenschicht direkt an der Grenzfläche zum p-InAs. Rechts sind die entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{\text{hf}})$  zu sehen. Die Spektren wurden, wie im Text erklärt, mit zwei Unterspektren angepasst.

Messung gleichförmig über die gesamte Fe/Tb-Vielfachschicht. Die relativen spektralen Flächen für diese Probe bei RT liegen bei 46.5 % für den bcc bulk-Fe-Anteil und bei 53.5 % für das Grenzflächenunterspektrum. Das mittlere magnetische Hyperfeinfeld des bcc-Fe-Anteils ist mit  $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 34.2(1)$  T im Vergleich zum massiven bcc-Fe (33.0 T) geringfügig erhöht. Allerdings ergibt sich für den bcc-Fe-Anteil eine mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  von 0.00(1) mm/s, was dem Wert für bcc bulk-Fe entspricht. Bei dem Zeeman-Sextett mit der breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung (Grenzflächenanteil) ergeben die Anpassungen ein verringertes mittleres magnetisches Hyperfeinfeld von  $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 23.9(1)$  T und eine mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle$  von -0.08(10) mm/s. Die Tendenz zu kleinen negativen Isomerieverschiebungen ist charakteristisch für Fe/Tb-Grenzflächen [9, 84, 85, 86], die bei dieser

Probe stark beitragen.

Im Gegensatz zu der Probe #rp083 ist in der Probe #rp079 nur die erste (epitaktische) 2.6 nm dicke Fe(001)-Schicht auf p-InAs(001) mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert, was bedeutet, dass 83 % des CEM-Signals aus der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht kommen und die restlichen 17 % aus den  $^{nat}\text{Fe}$ -Schichten der Vielfachschicht. Dies ermöglicht eine genauere Aussage über die lokalen magnetischen Eigenschaften dieser Fe-Schicht auf p-InAs(001). In Abb. 4.4 (b) und Tabelle 4.2 fällt direkt auf, dass die relative Intensität der beiden Mössbauerlinien #2 und #5 deutlich höher ist als bei der Probe #rp083 [Abb. 4.4 (a)]. Das Intensitätsverhältnis  $I_{2,5}/I_{3,4}$  lässt mit einem Wert von 2.7 für das scharfe bcc-Fe-Sextett und mit 3.4 für das breite Grenzflächen-Sextett auf einen mittleren Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $64(7)^\circ$  bzw.  $74(7)^\circ$  schließen. Dies zeigt, dass die unterste Fe(001)-Schicht (gemittelt über 2.6 nm  $^{57}\text{Fe}$ ) bei  $T = \text{RT}$  noch nicht die starke senkrechte Fe-Spintextur besitzt wie die restliche darüberliegende Fe/Tb-Vielfachschicht (z.B. in der Probe #rp083). Da die senkrechte Anisotropie in der Fe/Tb-Vielfachschicht hauptsächlich durch deren Grenzflächen zustande kommt [9], ist dies auch nicht verwunderlich. Die erste Fe-Schicht grenzt ja zu einer Seite an das p-InAs(001) und besitzt nur eine einzige Grenzfläche mit der darüberliegenden Tb-Schicht, wohingegen die nachfolgenden Fe-Schichten jeweils an zwei Tb-Schichten grenzen. Die senkrechte Grenzflächen-Anisotropieenergie wird daher bei der ersten Fe-Schicht auf p-InAs halbiert. Für das scharfe bcc-Fe Unterspektrum (in Abb. 4.4 (b)) ergab die Anpassung gemäß Tabelle 4.2 für das mittlere Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle = 32.8(1)$  T und für die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle \delta \rangle = 0.02(1)$  mm/s, was den Werten für bcc bulk-Fe sehr nahe kommt. Aus der relativen spektralen Fläche von 59.1 % wird deutlich, dass sich ein großer Teil der  $^{57}\text{Fe}$ -Atome in dem 2.6 nm dicken Film in bcc bulk-Fe-Nachbarschaft befinden. Für das breite Unterspektrum der Grenzfläche ergibt die Anpassung  $\langle B_{hf} \rangle = 26.1(5)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.11(1)$  mm/s. Diese Werte sind in guter Übereinstimmung mit dem in Kapitel 3 (Tabellen 3.1 - 3.4) angegebenen entsprechenden Werten für die Fe/InAs-Grenzflächenlegierung. Es sei noch einmal erwähnt, dass eine leichte positive Isomerieverschiebung einen leichten Abfall der s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kern im Vergleich zu reinem massivem bcc- $^{57}\text{Fe}$  bedeutet.

Bei der Probe #rp080 wurde nur für die ersten 0.56 nm (4 ML) der Fe(001)-Schicht auf p-InAs(001) das Isotop  $^{57}\text{Fe}$  verwendet. Dies bedeutet aber, dass die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht nur zu 49 % zum CEM-Signal beiträgt, die übrigen 51 % kommen aus den  $^{nat}\text{Fe}$ -Schichten. Dies erklärt auch, warum in Abb. 4.4 (c) und Tabelle 4.2 das Intensitätsverhältnis  $I_{2,5}/I_{3,4}$  mit 0.5(1) für das scharfe bcc-Fe-Unterspektrum bzw. 2.7(1) für das breite Grenzflächen-Unterspektrum geringer ist als bei der Probe

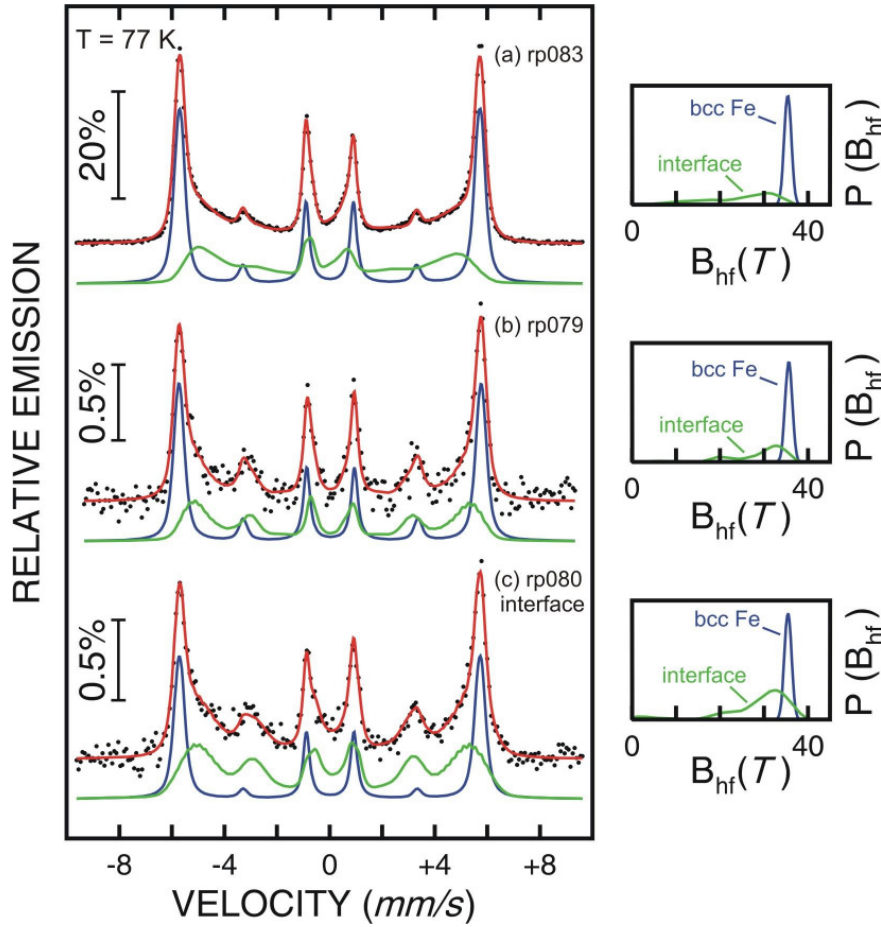


Abbildung 4.5: Bei 77 K gemessene CEM-Spektren der [Fe/Tb]/p-InAs-Proben (a) #rp083, (b) #rp079 und (c) #rp080 (siehe Tabelle 4.1). Rechts sind die entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  zu sehen. Die Spektren wurden, wie im Text erklärt, mit zwei Unterspektren angepasst.

#rp079 [Abb. 4.4 (b)]. Dies bedeutet nämlich für den mittleren Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  der Magnetisierung eine Orientierung von  $28(7)^\circ$  für den bcc-Fe-Anteil bzw.  $63(7)^\circ$  für den Grenzflächenanteil. Demnach handelt es sich bei dem Spektrum der Abb. 4.4 (c) um eine Mittelung über den Winkel  $\langle\theta\rangle$  der relativ senkrecht stehenden Fe-Spins in den  $^{nat}\text{Fe}$ -Schichten der Fe/Tb-Vielfachschicht und den stärker zur Filmebene hin verkippten Fe-Spins direkt an der  $^{57}\text{Fe}(001)/\text{p-InAs}(001)$ -Grenzfläche. Besonders an der  $P(B_{hf})$ -Verteilung (Abb. 4.4 (c)) dieser Probe, die ja zum großen Teil  $^{57}\text{Fe}$ -Atome direkt an der Grenzfläche enthält, ist noch einmal deutlich zu erkennen, dass sich bei unseren Proben keine „magnetisch tote Schicht“ an der Fe(001)/p-InAs(001)-Grenzfläche ausbildet. Aus der Anpassung ergaben sich als mittlere magnetische Hyperfeinfeldern  $\langle B_{hf} \rangle = 34.3(1)$  bzw.  $26.4(2)$  T für das scharfe bcc-Fe-Unterspektrum bzw. für das breite Grenzflächen-Unterspektrum. Diese Werte sind denjenigen der anderen beiden Proben (#rp083 und #rp079) sowie denjenigen in

Tabellen 3.1 - 3.4 ähnlich. Dies trifft auch auf die mittlere Isomerieverschiebung von  $\langle\delta\rangle = -0.01(1)$  mm/s für das scharfe Sextett und  $\langle\delta\rangle = 0.07(3)$  mm/s für die breite Verteilung zu. Lediglich die relative spektrale Fläche des bcc-Fe-artigen Anteils ist mit einem Wert von 32.6 % (Tabelle 4.2) deutlich kleiner als bei den anderen Proben. Dies liegt an der geringen Dicke der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht von 0.56 nm (4 ML) in Probe #rp080, die direkt an der Grenzfläche zum p-InAs(001) liegt und in der 67.4 % Grenzflächen-Legierungsanteil vorliegt.

### CEMS-Messungen bei 77 K

Diese drei Proben #rp083, #rp079 und #rp080 wurden auch bei 77 K mit CEMS untersucht. Die bei 77 K aufgenommenen CEM-Spektren hatten Messzeiten von ca. einem Tag bis hin zu zwei Wochen und sind in Abb. 4.5 dargestellt. Die Anpassungen erfolgten wieder mit zwei Unterspektren, und die entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  sind wieder rechts abgebildet. Die spektralen Mössbauerparameter bei 77 K sind wieder in Tabelle 4.2 angegeben.

Bei Betrachtung der CEM-Spektren in Abb. 4.5 fällt ins Auge, dass (im Vergleich zu Abb. 4.4) die relative Intensität der beiden Mössbauerlinien #2 und #5 bei 77 K im Vergleich zu RT (Abb. 4.4) sehr stark abgenommen hat. Dies bedeutet, dass der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  der Fe-Spins bei tiefen Temperaturen kleiner bzw. die Fe-Spintextur deutlich senkrechter wird. Dieser Effekt fällt besonders bei der Probe #rp079 (2.6 nm  $^{57}\text{Fe}(001)$  an der p-InAs-Grenzfläche) auf, bei der eine Verringerung des Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  im Mittel auf ca.  $28^\circ$  beobachtet wird, also eine Abnahme um  $\sim 40^\circ$  im Vergleich zu RT. Bei den anderen beiden Proben #rp083 und #rp080 liegt der mittlere Verkipfungswinkel bei  $T = 77$  K in der gleichen Größenordnung ( $11^\circ$  bzw.  $32^\circ$ ) wie bei Probe #rp079, und die Abnahme des mittleren Verkipfungswinkels ist bei 77 K im Vergleich zu RT nicht ganz so stark. Allerdings war bei den Proben #rp083 und #rp080 der Winkel  $\langle\theta\rangle$  schon bei Raumtemperatur klein und konnte demnach bei 77 K auch nicht mehr so stark abnehmen. Bei 77 K steigt das mittlere magnetische Hyperfeinfeld laut Tabelle 4.2 auf Werte im Bereich von  $\langle B_{hf}\rangle = 35.4(1)$  bis  $35.6(2)$  T für die scharfe Verteilung (bcc-Fe) und von  $\langle B_{hf}\rangle = 24.1(2)$  bis  $28.4(4)$  T für die breite Verteilung (Grenzfläche). Dieser leichte Anstieg rührt einmal von der Erhöhung der Magnetisierung beim Abkühlen her und andererseits von der senkrechten Komponente des Demagnetisierungsfeldes, welche im Falle einer senkrechten Magnetisierungskomponente einen zusätzlichen Beitrag zum magnetischen Hyperfeinfeld liefert [88]. Die Werte für die mittlere Isomerieverschiebung  $\langle\delta\rangle$  verschieben sich bei 77 K leicht in positive Richtung, was bei abnehmender Temperatur auch zu erwarten ist (Doppler-Effekt

Tabelle 4.2: Die aus den RT-CEM-Spektren der Abb. 4.4 und den 77 K-CEM-Spektren der Abb. 4.5 ermittelten spektralen Mössbauerparameter von Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschichten auf p-InAs(001). Unterspektrum 1: bcc-Fe (ungestört), Unterspektrum 2: Grenzflächenlegierung. Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 3.1 erklärt.

	$\langle B_{hf} \rangle$ (T)	$\langle \delta \rangle$ (mm/s)	$2\epsilon$ (mm/s)	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$ (°)	rel. area (%)
<b>T = RT, Abb. 4.4</b>						
<b>#rp083</b>						
Unterspektrum 1	34.2(1)	0.00(1)	0.00(1)	0.3(1)	22(7)	46.5
Unterspektrum 2	23.9(1)	-0.08(10)	0.07(1)	1.2(1)	43(7)	53.5
<b>#rp079</b>						
Unterspektrum 1	32.8(1)	0.02(1)	-0.01(1)	2.7(1)	64(7)	59.1
Unterspektrum 2	26.1(5)	0.11(1)	0.08(3)	3.4(3)	74(7)	40.9
<b>#rp080</b>						
Unterspektrum 1	34.3(1)	-0.01(1)	-0.01(1)	0.5(1)	28(7)	32.6
Unterspektrum 2	26.4(2)	0.07(3)	0.09(1)	2.7(1)	63(7)	67.4
<b>T = 77 K, Abb. 4.5</b>						
<b>#rp083</b>						
Unterspektrum 1	35.4(1)	0.11(1)	-0.00(1)	0.2(1)	20(7)	56.1
Unterspektrum 2	24.1(2)	-0.06(13)	0.08(1)	-0.0(1)	0(7)	43.9
<b>#rp079</b>						
Unterspektrum 1	35.6(2)	0.14(1)	-0.02(1)	0.3(1)	23(7)	55.9
Unterspektrum 2	28.4(1)	0.17(5)	-0.00(1)	0.7(3)	34(7)	44.1
<b>#rp080</b>						
Unterspektrum 1	35.5(2)	0.12(1)	-0.02(1)	0.2(1)	16(7)	38.6
Unterspektrum 2	28.4(4)	0.25(3)	-0.11(2)	1.1(3)	42(7)	61.4

zweiter Ordnung). Die elektrische Quadrupol-Kernniveaushiftung  $2\epsilon$  liegt bei allen Spektren immer in der Nähe von 0 mm/s und ist demnach bei den betrachteten CEM-Spektren vernachlässigbar.

Generell kann gesagt werden, dass in den Fe/InAs-Grenzflächenregionen, denen die breite  $P(B_{hf})$ -Verteilung zugeschrieben wird, bei 77 K ein mittleres magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle = 28.4(4)$  T vorliegt. Dies ist bei 77 K also um ca. 2 T größer als bei RT. Damit kann mit dem für bcc-Eisenlegierungen üblichen Konversionsfaktor von  $15 \text{ T}/\mu_B$  [71, 72] bei 77 K ein relativ großes mittleres magnetisches Fe-Moment

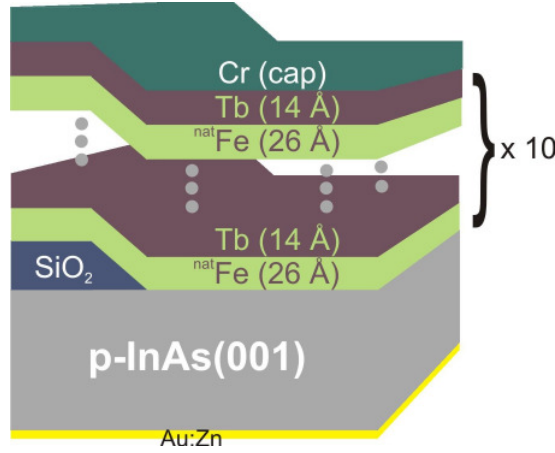


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung einer Probe mit partieller Isolatorschicht. Als Substrat wurde  $p\text{-InAs}(001)$  verwendet, darauf ist eine Fe/Tb-Vielfachschicht mit zehnfacher Wiederholung der Schichtpaare aufgebracht. Teilweise ist die Substrat-Oberfläche mit einer Isolatorschicht ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  oder  $\text{SiO}_2$ ) bedeckt. Das  $p\text{-InAs}(001)$  besaß schon vor dem Aufdampfen der Fe/Tb-Vielfachschicht einen aufgedampften Au:Zn-Rückkontakt. Die Notation der Probe ist  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/\text{nat Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/p\text{-InAs}(001)$ .

von mindestens  $\mu_{Fe} \approx 1.9 \mu_B$  abgeschätzt werden. Außerdem beträgt der mittlere Fe-Spin-Verkipfungswinkel an der Fe/ $p\text{-InAs}(001)$ -Grenzfläche bei 77 K  $42^\circ(7^\circ)$ , d.h. es liegen relativ starke senkrechte Fe-Spinkomponenten vor.

### 4.3.2 Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschicht mit partieller Isolatorschicht

#### Probenherstellung

Bei den bisher betrachteten Proben wurde immer eine Fe/Tb-Vielfachschicht die lateral die gesamte Substratoberfläche homogen bedeckte, auf sauberem  $p\text{-InAs}(001)$  aufgewachsen. Bei den folgenden Proben wurde das  $p\text{-InAs}(001)$ -Substrat vor dem Aufbringen der Fe/Tb-Vielfachschicht noch prozessiert. So wurde auf die Rückseite des  $p\text{-InAs}(001)$ -Substrats ein AuZn-Rückkontakt aufgedampft, und auf der Vorderseite wurde eine  $\text{SiO}_2$ - oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht mit einer Dicke zwischen 200 - 250 nm durch Sputtern aufgebracht, welche die  $p\text{-InAs}$ -Oberfläche partiell bedeckte. Die genauen Details sind im Abschnitt 4.4 beschrieben, und eine schematische Darstellung der nominellen Probenstruktur ist in Abb. 4.6 gezeigt.

Auf dem oberflächenphysikalisch sauberen  $p\text{-InAs}(001)$ -Substrat wurde eine Fe/Tb-Vielfachschicht mit zehnfacher Wiederholung der Schichtpaare aufgebracht. Vorher wurde das Substrat teilweise mit der  $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht bedeckt (bei eini-

gen Proben wurde auch  $\text{Si}_3\text{N}_4$  benutzt). Diese Isolatorschicht soll beim nächsten Schritt, der elektrischen Kontaktierung der Fe/Tb-Vielfachschicht, verhindern, dass beim Anbringen eines elektrischen Kontaktes oben auf der Fe/Tb-Vielfachschicht diese versehentlich durchbohrt wird und ein Kurzschluss zwischen der Zuleitung und dem p-InAs(001)-Substrat entsteht. Das p-InAs(001) bekam vor dem Abscheiden der Fe/Tb-Vielfachschicht in der MBE-Anlage den Au:Zn-Rückkontakt (Aureiche AuZn-Legierung) in einer separaten Hochvakuumanlage aufgedampft (siehe Abschnitt 4.4). Die Dotierung von Au mit Zn ist notwendig, da reine Au-Kontakte auf p-InAs nicht haften und keinen ohmschen Kontakt bilden. An der Au:Zn/p-InAs-Grenzfläche entsteht ein ohmscher Kontakt. An den Proben #rp096, #rp106 und #rp132 wurden sowohl CEMS- als auch SQUID-Messungen durchgeführt, um die globalen magnetische Eigenschaften (SQUID) mit den lokalen Eigenschaften (CEMS) vergleichen zu können.

### CEMS-Messungen

Um zu zeigen, dass der Einfluss der Isolatorschicht auf die magnetischen Eigenschaften der Fe/Tb-Vielfachschicht gering ist, sind in Abb. 4.7 CEM-Spektren der Proben #rp096 mit der nominellen Probenstruktur (gemäß Tabelle 4.1)  $\text{Cr}(5.8 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$  und #rp095 mit der nominellen Probenstruktur  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$  gezeigt. Dabei waren die Probe #rp096 partiell mit einer  $\text{SiO}_2$ - und die Probe #rp095 partiell mit einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht bedampft. Die beiden Proben entsprechen von ihrer Struktur her den beiden zuvor im Abschnitt 4.3.1 betrachteten Proben #rp083 und #rp079 mit dem Unterschied der Isolatorschicht und des AuZn-Rückkontaktes. Der AuZn-Rückkontakt wird keinen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften der Fe/Tb-Vielfachschicht haben, da er sich nur auf der Rückseite des p-InAs(001)-Substrats befand und diamagnetisch ist. Was die Struktur betrifft, so sollte schon die erste Fe-Schicht auf der Isolatorschicht polykristallin aufgewachsen sein; ansonsten aber sollte die erste Fe-Schicht direkt auf der sauberen p-InAs(001)-Substrat-Oberfläche wieder epitaktisch sein. Die CEM-Spektren in Abb. 4.7 wurden bei  $T = \text{RT}$  und  $T = 77 \text{ K}$  aufgenommen. Die Messzeiten der CEM-Spektren waren in diesem Fall mit bis zu 43 h relativ kurz.

Wie schon zuvor in Abschnitt 4.3.1 beschrieben, wurden die CEM-Spektren wieder mit einer scharfen und einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  angepasst. Die daraus ermittelten spektralen Mössbauerparameter sind in Tabelle 4.3 angegeben. Für die Probe #rp096, die angereichertes  $^{57}\text{Fe}$  in allen Fe-Schichten der Fe/Tb-Vielfachschicht hatte, können die Ergebnisse der Probe #rp083



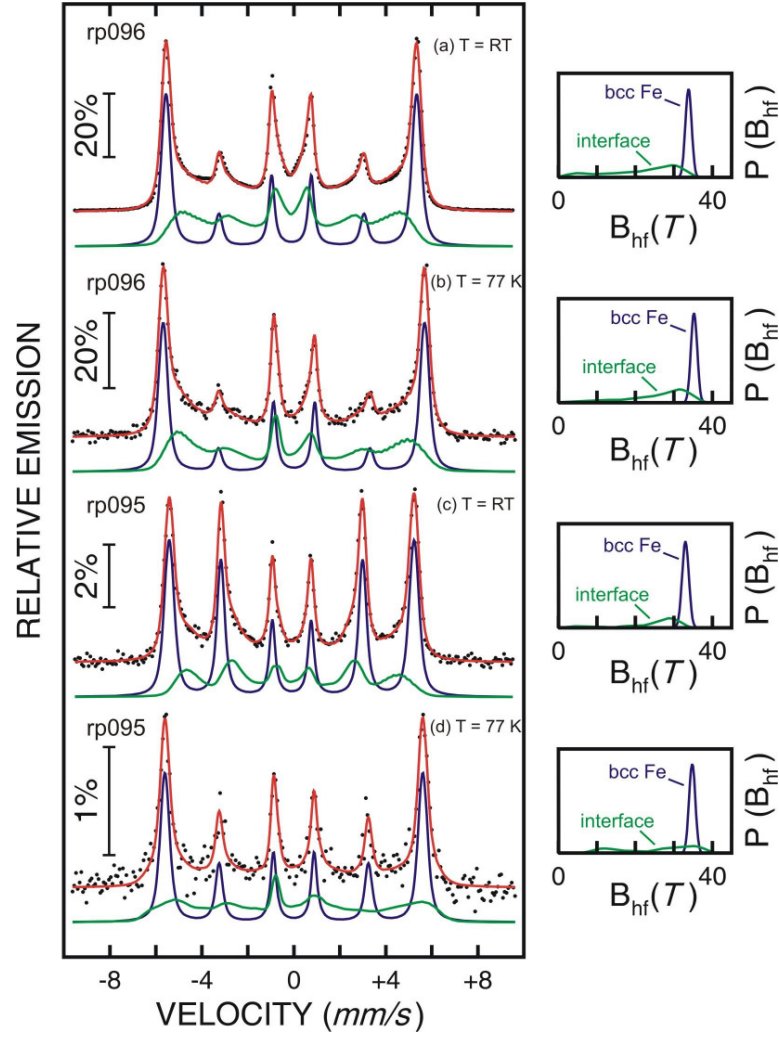


Abbildung 4.7: CEM-Spektren von zwei verschiedenen Proben, die teilweise eine Isolatorschicht zwischen dem  $p\text{-InAs}(001)$ -Substrat und der  $\text{Fe/Tb}$ -Vielfachschicht besaßen: In (a) und (b) von der Probe #rp096 mit einer  $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht, und in (c) und (d) von der Probe #rp095 mit einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht. Gemessen wurde in (a) und (c) bei RT und in (b) und (d) bei 77 K. Rechts sind die entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  zu sehen. Die Spektren wurden, wie im Text, erklärt mit zwei Unterspektren angepasst. Probenstruktur: siehe Tabelle 4.1, und Abb. 4.6.

ohne Isolatorschicht [Abb. 4.4 (a)] bei RT gut reproduziert werden. Bei beiden Proben ist schon bei  $T = \text{RT}$  (Abb. 4.7 (a)) ist eine relativ stark ausgeprägte senkrechte Fe-Spintextur zu beobachten. Für die Probe #rp096 ergeben sich Werte für den mittleren Verkippungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $29(7)^\circ$  für das scharfe bcc-Fe-Sextett und  $35(7)^\circ$  für die breite  $P(B_{hf})$ -Verteilung (Grenzfläche). Diese Werte verringern sich bei der Messung bei 77 K noch auf  $25(7)^\circ$  bzw.  $30(7)^\circ$  (Abb. 4.7 (b)) (ausgeprägte senkrechttere Fe-Spintextur). Die relativen spektralen Flächen liegen bei beiden Messungen bei ca. 50 % für die beiden spektralen Anteile (Tabelle 4.3). Die Werte für

Tabelle 4.3: Die aus den bei RT bzw. 77 K gemessenen CEM-Spektren der Abb. 4.7 erhaltenen spektralen Mössbauerparameter von Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschichten auf p-InAs(001). Die Proben besaßen eine die Substratoberfläche teilweise bedeckende Isolatorschicht ( $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) zwischen p-InAs(001)-Oberfläche und Fe/Tb-Vielfachschicht. Unterspektrum 1: bcc-Fe (ungestört), Unterspektrum 2: Grenzflächenlegierung. Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 3.1 erklärt.

	$\langle B_{hf} \rangle$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$	rel. area
	(T)	(mm/s)	(mm/s)		(°)	(%)
<b>#rp096 (<math>\text{SiO}_2</math>)</b>						
<b>T = RT</b>						
Unterspektrum 1	33.8(1)	0.00(1)	-0.01(1)	0.5(1)	29(7)	46.9
Unterspektrum 2	21.7(2)	-0.01(1)	0.04(1)	0.8(1)	35(7)	53.1
<b>T = 77 K</b>						
Unterspektrum 1	35.3(1)	0.11(1)	-0.01(1)	0.4(3)	25(7)	49.6
Unterspektrum 2	25.5(3)	-0.03(15)	0.04(1)	0.6(1)	30(7)	50.4
<b>#rp095 (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>)</b>						
<b>T = RT</b>						
Unterspektrum 1	33.0(1)	0.01(1)	-0.00(1)	2.1(4)	57(7)	65.6
Unterspektrum 2	23.9(4)	-0.0(1)	0.08(1)	2.8(2)	65(7)	34.4
<b>T = 77 K</b>						
Unterspektrum 1	34.8(2)	0.11(1)	0.00(2)	1.0(2)	39(7)	58.5
Unterspektrum 2	25.3(9)	-0.04(20)	0.09(4)	0.4(6)	25(7)	41.5

das mittlere magnetische Hyperfeinfeld und die mittleren Isomerieverschiebung der beiden spektralen Anteile sind  $\langle B_{hf} \rangle = 33.8(1)$  bzw.  $21.7(2)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.00(1)$  bzw.  $-0.01(1)$  mm/s bei RT. Sie zeigen die gleiche leichte Erhöhung der Werte bei 77 K auf  $\langle B_{hf} \rangle = 35.3(1)$  bzw.  $25.5(3)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.11(1)$  bzw.  $-0.03(15)$  mm/s, ähnlich wie bei den vorherigen Proben ohne Isolatorschicht, (siehe Tabelle 4.2).

Die Probe #rp095 ist vom Aufbau der Fe/Tb-Vielfachschicht der genauso wie die Probe #rp079, nur ist bei ersterer eine partielle  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht vorhanden. Die  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in der Probe #rp095 liefert also einen Anteil von 84 % zum gesamten CEM-Signal. Auch hier ist eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Mössbauer-Parameter zu erkennen. Die relative spektrale Fläche (Tabelle 4.3) der beiden Unterspektren der Probe #rp095 liegt im Mittel bei 62 % für den bcc bulk-Fe-Anteil und bei ca. 38 % für das breite Unterspektrum, welches den Grenzflächenanteil beschreibt. In der ersten Fe-Schicht ( $^{57}\text{Fe}$ -Sonde) an der InAs-Grenzfläche

ist bei RT die senkrechte Fe-Spintextur noch nicht so ausgeprägt wie bei 77 K. So nimmt beim scharfen Unterspektrum der mittlere Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $57(7)^\circ$  bei RT auf  $39(7)^\circ$  bei 77 K ab. Beim breiten Unterspektrum ist die Abnahme von  $\langle\theta\rangle \approx 65(7)^\circ$  bei RT auf  $\langle\theta\rangle \approx 25(7)^\circ$  bei 77 K noch deutlicher. Als weitere spektrale Mössbauerparameter ergeben sich beim scharfen bzw. beim breiten Unterspektrum für das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $33.0(1)$  T bzw.  $23.9(4)$  T bei RT und  $34.9(2)$  T bzw.  $25.3(9)$  T bei 77 K. Dies entspricht errechneten relativ großen mittleren magnetischen Fe-Momenten von  $\mu \approx 1.6 - 2.3 \mu_B$ . Die mittlere Isomerieverschiebung zeigt wieder eine leichte positive Verschiebung bei 77 K im Vergleich zu RT, aber ansonsten bewegen sich die Werte bei 77 K im erwarteten Bereich von  $0.11(1)$  mm/s (bcc-Fe-Anteil) und  $-0.04(20)$  mm/s (Grenzflächenlegierung). Die elektrische Quadrupol-Kernniveaushiftung  $2\epsilon$  liegt auch bei den hier gezeigten Proben um 0 mm/s.

### SQUID-Magnetometrie

An der Probe #rp096 wurden SQUID-Messungen durchgeführt, um die globalen magnetischen Eigenschaften der Fe/Tb-Vielfachschicht zu bestimmen. Die mit SQUID bei 300 K und 77 K gemessenen Magnetisierungskurven an einem Teil der Probe #rp096 sind in Abb. 4.8 gezeigt. Dabei ist von den Roh-Messdaten der Substrateffekt subtrahiert worden. Dort liegt das angelegte Feld einmal senkrecht (offene Quadrate) und einmal parallel (offene Dreiecke) zur Probenoberfläche. Die Magnetisierungskurven zeigen, dass die leichte magnetische Richtung bei beiden Temperaturen senkrecht zur Probenoberfläche steht. Zusätzlich liegt eine große senkrechte remanente Magnetisierung vor, die nahezu gleich der senkrechten Sättigungsmagnetisierung ist. Daraus kann man schließen, dass sich die ganze Fe/Tb-Vielfachschicht in einem nahezu eindomänen Zustand mit senkrechter Magnetisierung befindet. Das senkrechte Koerzitivfeld  $H_C$  ist bei RT noch recht klein ( $\mu_0 H_C \approx 0.16 \pm 0.02$  T), und steigt bei 77 K drastisch an. So ist  $\mu_0 H_C$  bei 77 K mit  $\approx 1.6$  T schon extrem groß. Auffällig ist der gestufte Verlauf bei 77 K. Dieses Verhalten wurde auch schon an Fe/Tb-Vielfachschichten mit dem magneto-optischen-Kerr-Effekt [90] beobachtet. Die Ursache für dieses gestufte Verhalten liegt in der komplizierten Heterostruktur der Fe/Tb-Vielfachschicht. So gibt es amorphe Fe-Tb-Legierungen an den Grenzflächen, reines bcc-Fe in den Fe-Schichten und reines hcp-Tb in den Tb-Schichten. In Abb. 4.8 (b) sind in der senkrecht gemessenen Hystereseschleife deutlich drei Stufen mit Koerzitivfeldern  $\mu_0 H_C$  bei  $\approx 0.1$  T,  $1.3$  T und  $2.6$  T zu sehen. Diese könnten dem reinen bcc-Fe (weichmagnetisch), der amorphen Fe-Tb-Grenzflächenlegierung (mittelstarker Hartmagnet) und dem reinen Tb (Hartmagnet) zugeordnet werden. Dieses gestufte Verhalten der Hystereseschleife von Fe/Tb-Vielfachschichten

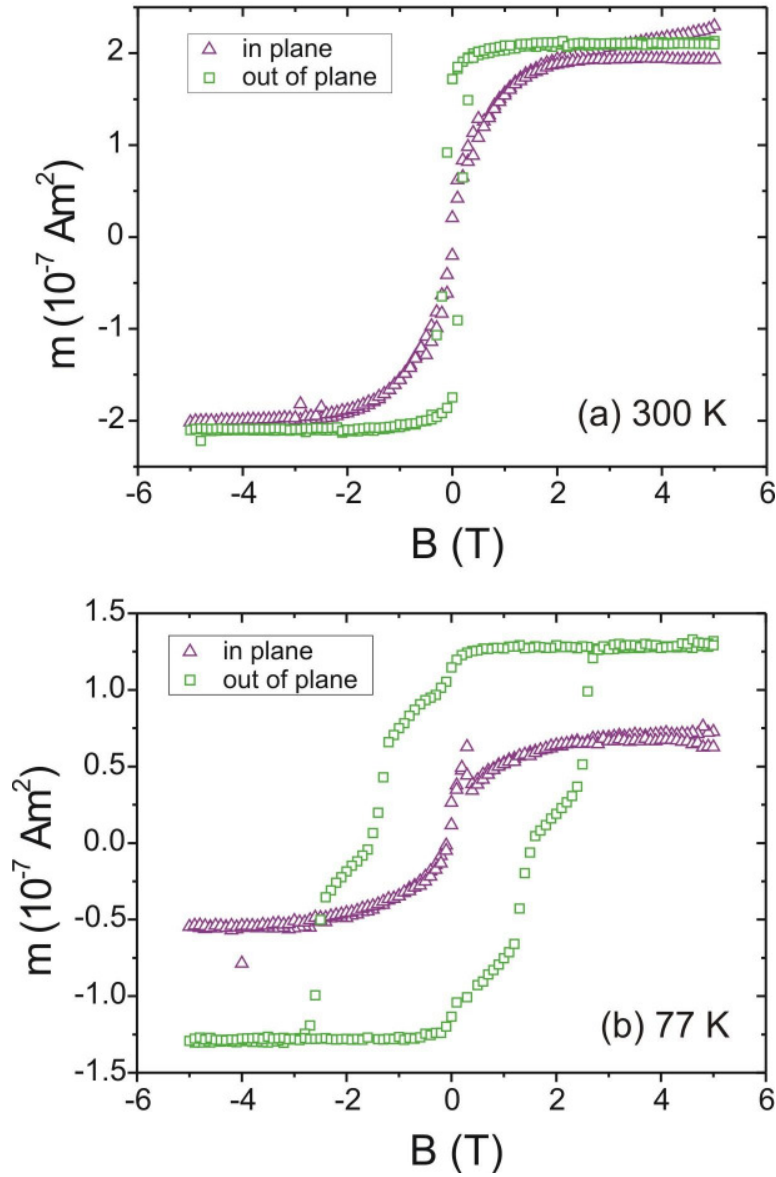


Abbildung 4.8: Mittels SQUID bestimmte Magnetisierungskurven an einem Probenstück der Probe #rp096, gemessen bei  $300 \text{ K}$  (a) und bei  $77 \text{ K}$  (b) mit einem angelegten Feld senkrecht (offene Quadrate) und parallel (offene Dreiecke) zur Probenoberfläche. Probe #rp096:  $[\text{Tb}(1.4 \text{ nm})/\text{}^{57}\text{Fe}(2.6 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$  mit partieller  $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht. Der Substrateffekt wurde von den Roh-Messdaten subtrahiert.

bei tiefer Temperatur und mit senkrechter Anisotropie wurde auch von Kim et al. [89] beobachtet. Dort wurde die erste Stufe mit der Existenz von weichmagnetischem amorphem Fe in der Fe/Tb-Vielfachschicht interpretiert. Liegt das äußere magnetische Feld parallel zur Probenoberfläche an (schwere Richtung), ist sowohl die remanente Magnetisierung wie auch das Koerzitivfeld sehr klein. Bei der Raumtemperaturmessung ergibt sich bei senkrechtem externen Magnetfeld eine Sättigungs-

magnetisierung  $m_S$  von  $2.13 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  und eine remanente Magnetisierung  $m_R$  von  $1.72 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$ . Dies ergibt ein Verhältnis  $m_R/m_S$  von 0.81. Liegt das Magnetfeld parallel zur Probenoberfläche ergibt sich ein deutlich niedrigeres Verhältnis  $m_R/m_S$  von 0.09 ( $m_R \approx 2.078 \cdot 10^{-8} \text{ Am}^2$  und  $m_S \approx 2.297 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$ ). Bei 77 K ist der Unterschied zwischen den beiden verschiedenen Magnetfeldrichtungen nicht so groß. Bei senkrechtem externen Magnetfeld liegt das Verhältnis  $m_R/m_S$  bei 0.88 ( $m_R \approx 1.147 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  und  $m_S \approx 1.3 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$ ), und bei der parallelen Richtung ist das Verhältnis  $m_R/m_S$  gleich 0.47 ( $m_R \approx 1.16 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  und  $m_S \approx 5.5 \cdot 10^{-8} \text{ Am}^2$ ).

Die mittels SQUID beobachtete hohe senkrechte Remanenz ist in guter qualitativer Übereinstimmung mit der starken senkrechten Fe-Spintextur, die sich aus der CEMS-Messung an derselben Probe #rp096 ergab ( $\langle \theta \rangle \approx 25^\circ - 30^\circ$  bei 77 K). Auch die Probe #rp095 mit partieller  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht besaß bei 77 K mit  $\langle \theta \rangle \approx 25^\circ - 39^\circ$  eine ausgeprägte senkrechte Fe-Spintextur. Offensichtlich hat die Art der Isolatorschicht keinen großen Einfluss auf die Fe-Spintextur. Da die senkrechte Anisotropie aus der Einionenanisotropie in den Fe/Tb-Grenzflächenregionen herrührt, ist dies nicht verwunderlich, weil diese Regionen nicht in Kontakt mit der Isolatorschicht sind. Wie schon gesagt, weisen die hohen  $m_R/m_S$ -Verhältnisse von 0.81 bei RT und 0.88 bei 77 K im Falle senkrechter externer Magnetfelder auf einen nahezu eindomänen Zustand hin.

### 4.3.3 Fe(4.0 nm)/Tb(2.6 nm)-Vielfachschicht mit partieller Isolatorschicht

#### Probenbeschreibung

Die bisher untersuchten Fe/Tb-Vielfachschichten besaßen alle die Schichtdickenkombination  $t_{Fe} = 2.6 \text{ nm}$  und  $t_{Tb} = 1.4 \text{ nm}$ . Diese Schichtdickenkombination ist bekannt für ihre ausgeprägte senkrechte Anisotropie [9] mit großer Koerzitivfeldstärke. Da aber geplant war, an den [Tb/Fe]/p-InAs-Proben Spininjektionsmessungen bei sehr tiefen Temperaturen ohne äußeres Magnetfeld zu machen, bei denen die Koerzitivfeldstärke extrem hoch ist, wurden noch Proben mit einer geeigneteren Schichtdickenkombination hergestellt. Eine schematische Skizze dieser Probenstruktur ist in Abb. 4.9 gezeigt, wobei  $t_{Fe} = 4.0 \text{ nm}$  und  $t_{Tb} = 2.6 \text{ nm}$  sind. Diese Fe/Tb-Vielfachschicht hat bekanntermaßen zwar ein geringeres Koerzitivfeld und die Fe-Spintextur wird auch nicht ganz so senkrecht, sie hat aber bei sehr tiefen Temperaturen eine höhere remanente Magnetisierung als die Fe(2.6 nm)/Tb(1.4 nm)-Vielfachschicht. Die im folgenden diskutierten Proben besitzen alle einen Au:Zn-Rückkontakt und eine partielle Isolatorschicht. Die genauen nominellen Proben-

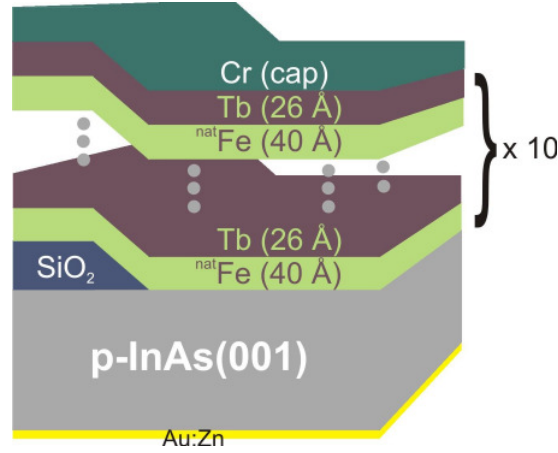


Abbildung 4.9: Schematische Darstellung einer Probe mit partieller Isolatorschicht. Als Substrat wurde p-InAs(001) verwendet, darauf ist eine Fe/Tb-Vielfachschicht mit zehnfacher Wiederholung der Schichtpaare aufgebracht. Teilweise ist die Substrat-Oberfläche mit einer Isolatorschicht ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  oder  $\text{SiO}_2$ ) bedeckt. Das p-InAs(001) besaß schon vor dem Aufdampfen der Fe/Tb-Vielfachschicht einen Au:Zn-Rückkontakt. Die Notation der Probe ist  $\text{Cr}(5.6 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$

strukturen (siehe auch Tabelle 4.1) sind

- #rp105:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_9/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.0 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(2.0 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$
- #rp106:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$
- #rp130:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})]_{10}/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{InAs}(001)/\text{p-InAs}(001)$

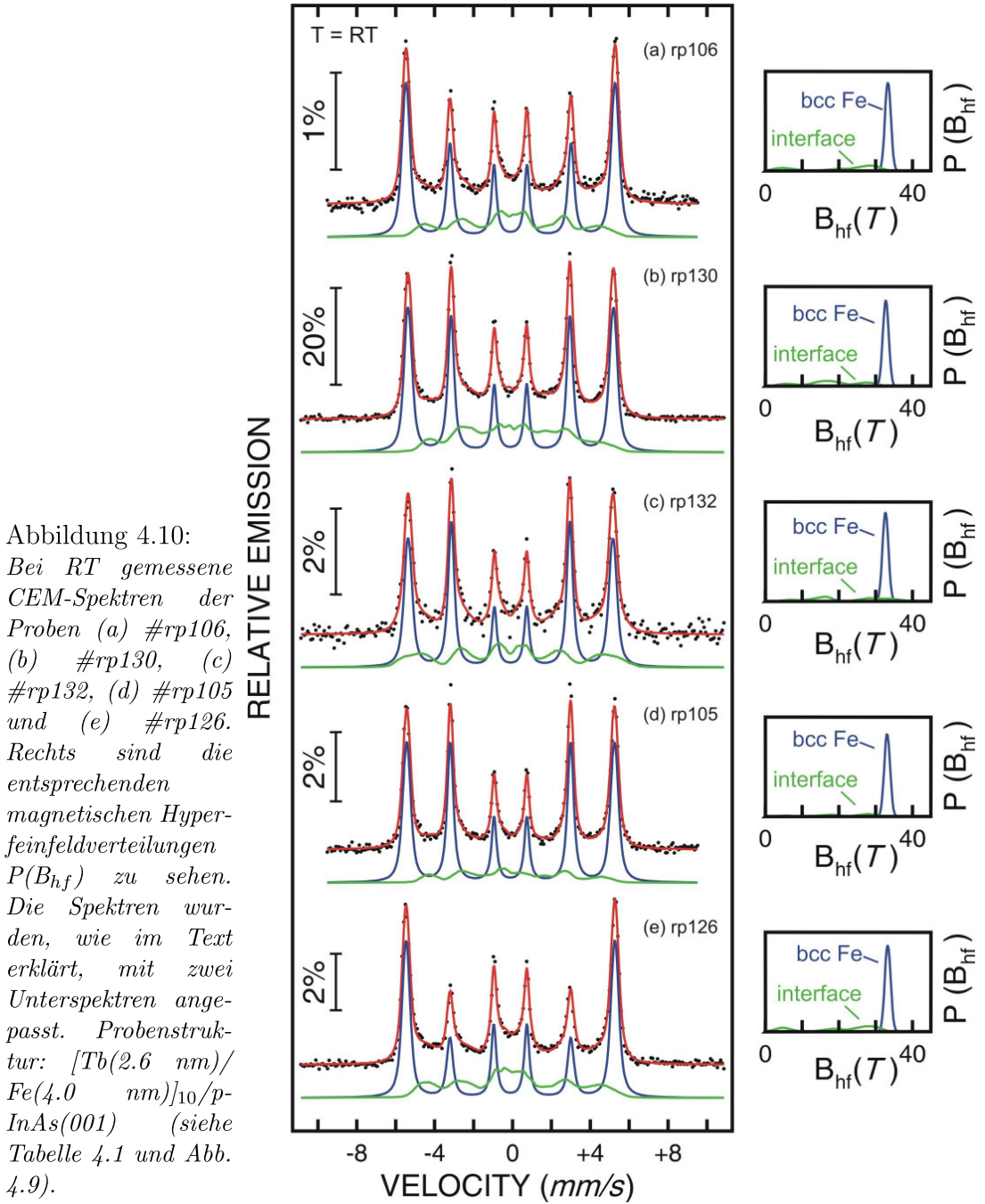
mit einer partiellen  $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht. Die Proben

- #rp126:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_5/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_5/\text{p-InAs}(001)$
- #rp132:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{Tb}(2.6 \text{ nm})]_{10}/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})/\text{p-InAs}(001)$

besitzen eine partielle  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Isolatorschicht.

### CEMS-Messungen bei RT

Diese Proben wurden i.a. ebenfalls mit CEMS bei den beiden Messtemperaturen  $T = \text{RT}$  und  $T = 77 \text{ K}$  untersucht. Allerdings konnte von der Probe #rp106 nur eine Raumtemperaturmessung gemacht werden, da diese Probe keine  $^{\text{nat}}\text{Fe}$ -Sondenschicht besitzt (es wurde nur  $^{\text{nat}}\text{Fe}$  verwendet) und die Messzeit bei  $T = 77 \text{ K}$  zu lange gedauert hätte. Schon die Messzeit bei  $T = \text{RT}$  war mit ca. 100 h deutlich größer als



bei den anderen, mit  $^{57}\text{Fe}$  angereicherten Proben, bei denen Messzeiten von 3 - 50 h ausreichen.

Die bei RT aufgenommenen CEM-Spektren sind in Abb. 4.10 gezeigt. Es wurden wieder zwei Unterspektren, eines für den bcc bulk-Fe- und eines für den Grenzflächen-Anteil angepasst. Die erhaltenen spektralen Mössbauerparameter sind in Tabelle 4.4 angegeben. Mit einem Blick auf die Mössbauerlinien #2 und #5 in den

CEM-Spektren der Abb. 4.10 wird für die verschiedenen Proben folgendes deutlich. Bei der Probe #rp106, bei der nur  $^{nat}\text{Fe}$  für die Fe-Schichten benutzt wurde, bei der also mittels CEMS eine gleichförmige Mittelung über alle Fe-Schichten erfolgte, zeigt sich schon bei RT eine senkrechte Komponente der Fe-Spintextur ( $\langle\theta\rangle = 48^\circ$  für bcc-Fe). Eigentlich wäre dies auch für die Probe #rp130 erwartet worden, die nur  $^{57}\text{Fe}$  enthält und bei der deshalb CEMS ebenfalls über alle Fe-Schichten mitteilt. Der Grund, warum bei der Probe #rp130 die senkrechte Fe-Spintextur (mit  $\langle\theta\rangle = 60^\circ$  für bcc-Fe) bei RT weniger stark ausgeprägt ist als bei der Probe #rp106, bleibt unklar. Der einzige Unterschied zwischen beiden Proben ist, dass bei der Probe #rp130 eine Eisenschicht mehr verwendet wurde. Offensichtlich hängt der Grad der senkrechten Fe-Spintextur bei RT auch von unbekannten Parametern bei der Probenherstellung durch Aufdampfen im UHV ab. Bei den Proben #rp132, bei der nur die erste Fe-Schicht auf p-InAs(001) mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert war, und #rp105, bei der nur die erste Hälfte (2.0 nm) der ersten Fe-Schicht mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert war, ist die senkrechte Fe-Spintextur bei RT ebenfalls noch nicht so stark ausgeprägt wie bei der Probe #rp106. Gründe dafür liegen in der unterschiedlichen Lage bzw. Dicke der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht, wie schon in den Abschnitten 4.3.1 und 4.3.2 beschrieben wurde. Die Ergebnisse für die Probe #rp126 mit einer  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in der Mitte der Fe/Tb-Vielfachschicht ( $\langle\theta\rangle = 38^\circ$  für bcc-Fe) unterstreichen noch einmal die bisherige Vermutung, dass in den Fe-Schichten nicht alle Fe-Spins gleichförmig senkrecht ausgerichtet sind, sondern die mittleren Fe-Schichten in der Fe/Tb-Vielfachschicht eine stärkere senkrechte Fe-Spintextur besitzen als die ersten oder letzten. Bei den spektralen Mössbauerparametern in Tabelle 4.4 fällt auch auf, dass die relative spektrale Fläche des Unterspektrums 1 (bcc bulk-Fe ähnlicher Anteil) mit im Mittel ca. 70 % ein deutlich größeres Gewicht besitzt als bei den dünnen Tb(1.4 nm)/Fe(2.6 nm)-Vielfachschichten, bei denen der bcc-Fe-Anteil ca. 50 % (Tabelle 4.2 und 4.3) beträgt. Dies ist auch verständlich, da die Fe-Schichten dieses Kapitels mit  $t_{\text{Fe}} = 4.0$  nm nun deutlich dicker sind und damit der relative Anteil der Fe-Atome in den Grenzflächen geringer ist.

Die oben erwähnten verschieden stark ausgeprägten senkrechten Fe-Spintexturen finden sich natürlich auch in den spektralen Mössbauerparametern wieder. So ist für Probe #rp106 bei RT der mittlere Fe-Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  für den bcc bulk-Fe-Anteil  $48(7)^\circ$  und für den Grenzflächenanteil  $65(7)^\circ$ . Diese Werte sind den mittleren Verkipfungswinkeln ( $\langle\theta\rangle = 57(7)^\circ$  (bcc-Fe) und  $\langle\theta\rangle = 65(7)^\circ$  (Grenzfläche)) der Probe #rp095 aus Abschnitt 4.3.2 sehr ähnlich, bei der auch alle Fe-Schichten gleich stark zum Mössbauersignal beigetragen haben. Die Werte für das mittlere magnetische Hyperfeinfeld, die mittleren Isomerieverschiebung und die elektrischen Quadrupol-Kernniveaushiftung  $2\epsilon$  liegen bei diesen RT-CEM-Spektren



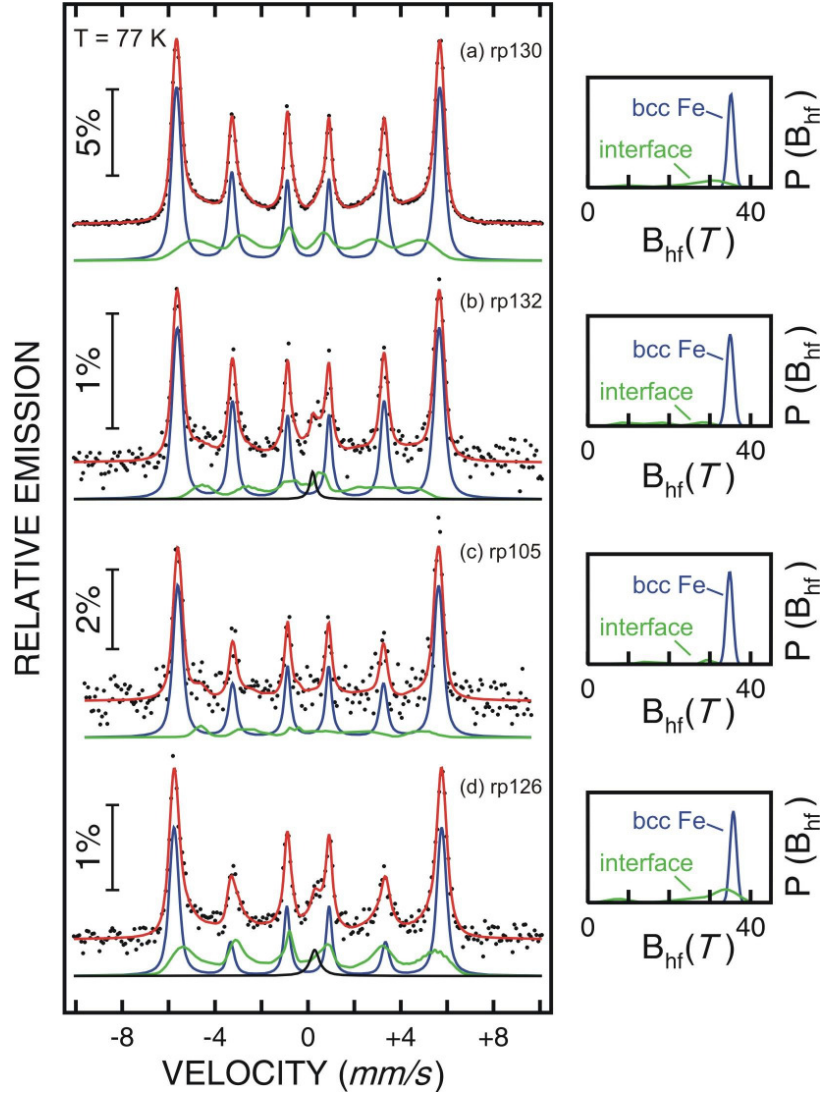


Abbildung 4.11: Bei 77 K gemessene CEM-Spektren der Proben (a) #rp130, (b) #rp132, (c) #rp105 und (d) #rp126. Rechts sind die entsprechenden magnetischen Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  zu sehen. Die Spektren wurden, wie im Text erklärt, mit zwei Unterspektren angepasst. Die zentrale Einzellinie bei #rp132 und #rp126 sind Artefakte des Fe-haltigen Channeltron-Halters im Kryostat. Probenstruktur:  $[Tb(2.6 \text{ nm})/Fe(4.0 \text{ nm})]_{10}/p\text{-InAs}(001)$  (siehe Tabelle 4.1 und Abb. 4.9).

sehr dicht beisammen. Laut Tabelle 4.4 ergeben sich Werte von  $\langle B_{hf} \rangle = 32.7(1)$  bis  $33.3(1)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.00(1)$  bis  $0.01(1)$  mm/s für die bcc-Fe-Anteile. Für die breiten Unterspektren (Grenzflächenanteil) ergeben sich Werte von  $\langle B_{hf} \rangle = 17.9(4)$  bis  $21.3(8)$  T und  $\langle \delta \rangle = 0.00(2)$  bis  $0.17(8)$  mm/s. Bei der Quadrupol-Kernniveaushverschiebung  $2\epsilon$  ergeben die Anpassungen bei den scharfen Unterspektren Werte von  $0.00(1)$  -  $0.01(1)$  mm/s, während bei den breiten Unterspektren der Wertebereich mit  $-0.06(4)$  -  $0.15(1)$  mm/s etwas weiter ist.

Für den mittleren Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  der Probe #rp130 (nur  $^{57}\text{Fe}$ ) ergibt sich bei RT laut Tabelle 4.4 bei der scharfen Verteilung (bcc-Fe) ein Winkel von  $60(7)^\circ$ , welcher nur  $12^\circ$  größer ist als bei der Probe #rp106 (nur  $^{nat}\text{Fe}$ ). Bei der breiten Verteilung der Probe #rp130 (Grenzfläche) ergibt sich ein mittlerer Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $46(7)^\circ$ . Bei der Probe #rp132, bei der nur die erste Fe-Schicht mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert ist, liegt der mittlere Verkipfungswinkel des bcc bulk-Fe-Anteils bei  $65(7)^\circ$  ( $I_{2,5}/I_{3,4} = 2.8(2)$ ). Dies liegt im gleichen Bereich wie bei der Probe #rp095 (Tabelle 4.3). Aus dem Unterspektrum der Grenzfläche ergibt sich ein Wert von  $8(7)^\circ$  ( $I_{2,5}/I_{3,4} = 0.04(4)$  bei RT). Interessant ist bei Probe #rp105, bei der nur die untere Hälfte der ersten Fe(001)-Schicht auf p-InAs mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert wurde, dass der mittlere Verkipfungswinkel größer ist als bei Probe #rp132. Dort ergeben sich Werte von  $61(7)^\circ$  bzw.  $55(7)^\circ$  für die scharfe Verteilung respektive für die breite Verteilung. Demnach scheint es, dass die Fe-Spin Ausrichtung innerhalb einer einzelnen Fe-Schicht relativ homogen ist. Es ist kein signifikanter Unterschied zu sehen, ob nur die erste (untere) Hälfte angereichert ist und damit kein direkter Kontakt von einer angereicherten Schicht und einer Fe/Tb-Grenzfläche besteht, oder ob die gesamte erste Fe-Schicht mit  $^{57}\text{Fe}$  angereichert ist.

Wie schon erwähnt, sind die Fe-Spins im CEM-Spektrum der Probe #rp126 mit der  $^{57}\text{Fe}$ -Sondenschicht in der Mitte der Fe/Tb-Vielfachschicht bei RT schon stark senkrecht angeordnet. So ergibt die Anpassung gemäß Tabelle 4.4 mittlere Verkipfungswinkel  $\langle\theta\rangle$  von  $38(7)^\circ$  für die scharfe magnetische Hyperfeinfeldverteilung (bcc-Fe) und  $50(7)^\circ$  für die breite Verteilung (Fe/Tb-Grenzfläche) von magnetischen Hyperfeinfeldern. Dies ist noch einmal ein Beleg für die Tatsache, dass die Fe-Schichten in der Mitte der Fe/Tb-Vielfachschicht eine deutlich senkrechtere Anisotropie aufweisen als die unteren Fe-Schichten.

### CEMS-Messungen bei 77 K

Bis auf die Probe #rp106 wurden die übrigen Proben auch bei  $T = 77\text{ K}$  mittels CEMS untersucht. Diese CEM-Spektren sind in Abb. 4.11 dargestellt. Auch hier wurden zwei Unterspektren für die Anpassungen benutzt. Die daraus erhaltenen spektralen Mössbauerparameter sind ebenfalls in Tabelle 4.4 aufgeführt. Auch bei den dicken Fe/Tb-Vielfachschichten [Fe(4.0 nm)/Tb(2.6 nm)] ist zu erkennen, dass bei tieferer Temperatur die Fe-Spin-Orientierung zunehmend senkrechter wird. Dieser Effekt ist bei den Proben größer, die vor dem Abkühlen eine nicht ganz so stark ausgeprägte senkrechte Anisotropie gezeigt haben (#rp132 und #rp105) und etwas kleiner bei den Proben, die vorher schon eine deutliche senkrechte Fe-Spin-

Tabelle 4.4: Die aus den RT-CEM-Spektren der Abb. 4.10 und den 77 K-CEM-Spektren der Abb. 4.11 ermittelten spektralen Mössbauerparameter einer Fe(4 nm)/Tb(2.6 nm)-Vielfachschicht auf p-InAs(001). Probenbeschreibung siehe Tabelle 4.1. Unterspektrum 1: bcc-Fe (ungestört,  $\triangleright$  U1), Unterspektrum 2: Grenzflächenlegierung ( $\triangleright$  U2). Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 3.1 erklärt.

		$\langle B_{hf} \rangle$	$\langle \delta \rangle$	$2\epsilon$	$\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$	$\langle \theta \rangle$	rel. area
		(T)	(mm/s)	(mm/s)		(°)	(%)
<b>T = RT</b>							
#rp106, SiO <sub>2</sub>	$\triangleright$ U1	33.3(1)	0.01(1)	0.00(1)	1.5(3)	48(7)	71.3
	$\triangleright$ U2	19.9(1)	0.08(2)	0.09(3)	2.8(3)	65(7)	28.3
#rp130, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	32.7(1)	0.01(1)	0.013(2)	2.3(1)	60(7)	67.7
	$\triangleright$ U2	17.9(4)	0.17(8)	0.14(1)	1.4(1)	46(7)	32.3
#rp132, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	32.7(1)	0.01(1)	-0.00(1)	2.8(2)	65(7)	71.5
	$\triangleright$ U2	21.3(8)	0.00(2)	-0.06(4)	0.04(4)	8(7)	28.5
#rp105, SiO <sub>2</sub>	$\triangleright$ U1	33.1(1)	0.01(1)	0.01(1)	2.5(1)	61(7)	83.0
	$\triangleright$ U2	19.4(7)	0.1(1)	0.08(2)	2.0(1)	55(7)	17.0
#rp126, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	33.3(1)	0.00(1)	0.01(1)	0.9(1)	38(7)	66.6
	$\triangleright$ U2	19.6(4)	0.10(1)	0.15(1)	1.7(3)	50(7)	33.4
<b>T = 77 K</b>							
#rp130, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	35.2(1)	0.12(1)	0.00(1)	1.3(1)	44(7)	65.2
	$\triangleright$ U2	24.7(2)	0.02(6)	0.08(1)	1.8(1)	52(7)	34.8
#rp132, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	35.0(1)	0.13(1)	-0.00(1)	1.4(1)	46(7)	76.9
	$\triangleright$ U2	18.7(10)	0.23(1)	-0.11(3)	-0.4(5)	0(7)	23.1
#rp105, SiO <sub>2</sub>	$\triangleright$ U1	34.8(2)	0.12(1)	0.00(1)	0.9(2)	37(7)	84.2
	$\triangleright$ U2	21(3)	-0.05(17)	-0.1(1)	0.2(11)	17(7)	15.8
#rp126, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$\triangleright$ U1	35.8(2)	0.11(1)	-0.00(1)	0.6(1)	30(7)	54.4
	$\triangleright$ U2	27.5(7)	0.06(16)	-0.0(1)	2.1(3)	57(7)	45.6

Stellung hatten (#rp130 und #rp126). Letztendlich liegen gemäß Tabelle 4.4 bei einer Messtemperatur von T = 77 K die mittleren Verkipfungswinkel für die scharfe P( $B_{hf}$ )-Verteilung (bcc-Fe-Anteil) bei Werten zwischen 30(7)° und 46(7)°. Bei dem Unterspektrum 2 mit der breiten P( $B_{hf}$ )-Verteilung (Grenzfläche) ergeben die Anpassungen Werte zwischen 0(7)° - 57(7)°. Bei den übrigen spektralen Mössbauerparameter zeigt sich wieder die erwartete leichte Vergrößerung des mittleren magne-

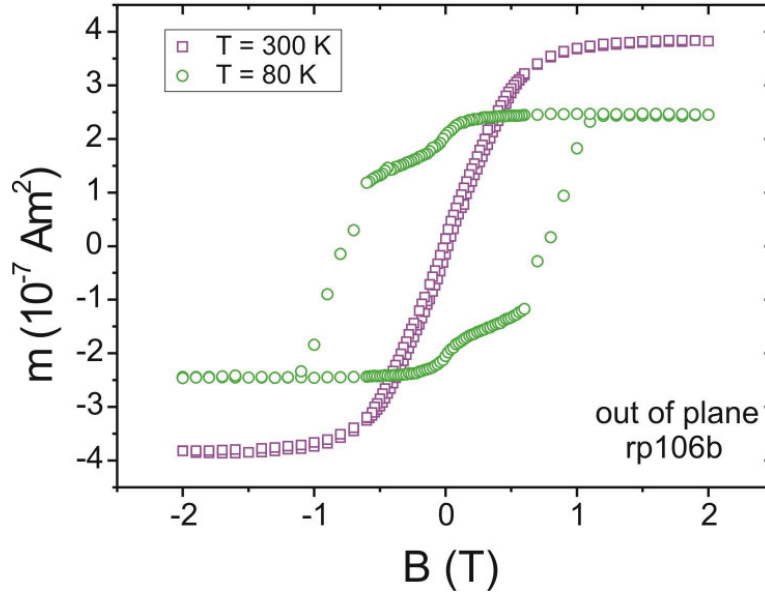


Abbildung 4.12: Mittels SQUID bestimmte Magnetisierungskurven an einem Probenstück der Probe #rp106, gemessen bei 300 K (offene Quadrate) und bei 80 K (offene Kreise) bei einem angelegten Feld senkrecht zur Probenoberfläche. Probe #rp106:  $\text{Cr}(5.0 \text{ nm})/[\text{Tb}(2.6 \text{ nm})/^{\text{nat}}\text{Fe}(4.0 \text{ nm})]_{10}/\text{p-InAs}(001)$  mit partieller  $\text{SiO}_2$ -Isolatorschicht. Der Substrateffekt wurde von den Roh-Messdaten subtrahiert.

tischen Hyperfeinfeldes bei 77 K auf  $\langle B_{hf} \rangle = 34.8(2)$  bis  $35.8(2)$  T und der mittleren Isomerieverschiebung auf  $\langle \delta \rangle = 0.11(1)$  bis  $0.13(1)$  mm/s beim scharfen Unterspektrum (bcc-Fe). Für das Unterspektrum 2, welches die Grenzflächenregion beschreibt, ergeben sich Werte von  $\langle B_{hf} \rangle = 18.7(10)$  bis  $27.5(7)$  T und  $\langle \delta \rangle = -0.05(17)$  bis  $0.23(1)$  mm/s. Auch bei 77 K liegt die Quadrupol-Kernniveaueverschiebung  $2\epsilon$  bei den Unterspektren 1 mit der scharfen magnetischen Hyperfeinfeldverteilung (bcc-Fe) um  $0.00(1)$  mm/s und bei den Unterspektren 2 mit der breiten  $P(B_{hf})$ -Verteilung (Grenzfläche) bei Werten von  $-0.11(3)$  bis  $0.08(1)$  mm/s.

### SQUID-Magnetometrie

An einem abgebrochenen Teil der Probe #rp106 wurden auch SQUID-Messungen durchgeführt. Das Resultat ist in Abb. 4.12 zu sehen. Auch hier wurde von den Roh-Messdaten der Substrateffekt subtrahiert. Da bei der Probe #rp106 ausschließlich  $^{\text{nat}}\text{Fe}$  verwendet wurde, existiert keine CEMS-Messung bei tiefer Temperatur (zu geringer Messeffekt), und es wurden auch nur SQUID-Messungen mit einem von außen angelegten Magnetfeld senkrecht zur Probenoberfläche durchgeführt. Die beiden Kurven in Abb. 4.12 zeigen die SQUID-Hystereseschleife bei 300 K (offene Quadrate) und bei 80 K (offene Kreise). Die beiden Hystereseschleifen zeigen, dass

es einen großen Unterschied im Temperaturverhalten der Magnetisierung gibt. Bei RT ist sowohl die remanente Magnetisierung  $m_R$  mit  $\approx 0.14 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  als auch das Koerzitivfeld  $\mu_0 H_C$  mit  $\approx 0.02 \text{ T}$  sehr klein. Das Verhältnis  $m_R/m_S = 0.037$  ist ebenfalls sehr klein ( $m_S \approx 3.83 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2 = \text{Sättigungsmagnetisierung}$ ). Je tiefer die Temperatur wird, desto größer werden diese Werte. So ist bei  $T = 80 \text{ K}$  die senkrechte Anisotropie deutlich an der hohen Remanenz mit einem großen Wert von  $m_R \approx 2.1 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  zu erkennen. Bei  $80 \text{ K}$  beträgt das Verhältnis  $m_R/m_S = 0.84$  ( $m_R \approx 2.07 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$  und  $m_S \approx 2.45 \cdot 10^{-7} \text{ Am}^2$ ). Dies weist auf einen nahezu eindomänen Magnetisierungszustand bei  $80 \text{ K}$  hin. Außerdem nimmt die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  bei  $80 \text{ K}$  auf  $\approx 0.76 \text{ T}$  stark zu. Auch hier ist ein gestufter Kurvenverlauf wie in Abb. 4.8 (b), allerdings mit einer Stufe weniger, zu erkennen. So ist bei  $80 \text{ K}$  eine relativ sprunghafte Änderung der Magnetisierung bei  $\approx 0 \text{ T}$  und bei  $\approx 0.6 \text{ T}$  zu sehen (Abb. 4.12) sowie ein relativ langsames Ummagnetisieren dazwischen. Die sprunghaften Verläufe deuten auf einen Flip der Spins hin und das langsame Ummagnetisieren auf eine Drehung der Fe-Spins. In der Probe existieren verschiedene metallurgische Phasen. Der erste Sprung bei  $\mu_0 H_C \approx 0 \text{ T}$  kann dem reinen bcc-Fe (weichmagnetisch) zugeordnet werden. Die langsame Drehung könnte durch die amorphe ferrimagnetische Fe-Tb-Grenzflächenlegierung (mittelstarker Hartmagnet) herkommen, während die zweite Stufe bei  $\mu_0 H_C \approx 0.6 \text{ T}$  von dem reinen Tb (Hartmagnet) herrühren könnte.

### Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Fe-Spins in der Fe/Tb-Vielfachschicht auf p-InAs(001) bei tiefer Temperatur ( $77\text{-}80 \text{ K}$ ) einen mittleren Verkippungswinkel  $\langle \theta \rangle$  kleiner  $40^\circ$  bei der dünnen Fe( $2.6 \text{ nm}$ )/Tb( $1.4 \text{ nm}$ )-Vielfachschicht und  $\langle \theta \rangle$  kleiner  $50^\circ$  bei der dicken Fe( $4.0 \text{ nm}$ )/Tb( $2.6 \text{ nm}$ )-Vielfachschicht relativ zur Filmnormalen besitzen. Die Fe-Spintextur besitzt daher eine starke senkrechte Komponente. Dieses lässt auf eine starke senkrechte Anisotropie schließen, was durch die SQUID-Magnetisierungs-Messungen bestätigt wurde. Bei tiefer Temperatur ( $80 \text{ K}$ ) liegt ein nahezu eindomäner remanenter Zustand vor. Demnach wäre eine Fe/Tb-Vielfachschicht auf p-InAs(001) ein möglicher Kandidat für die Spininjektion in den Halbleiter im remanenten Zustand. Aus diesem Grund wurde auch die Prozessierung dieser Fe/Tb-Vielfachschichten auf p-InAs(001) zu elektrischen Kontakten und weitere Untersuchungen durchgeführt, die im nächsten Kapitel 4.4 beschrieben werden.

## 4.4 Prozessierung der Kontakte sowie elektrische und optische Eigenschaften

Wie im vorherigen Kapitel schon erwähnt, mussten einige Proben wegen der geplanten elektrischen und optischen Messungen vor dem Aufdampfen der Fe/Tb-Vielfachschicht noch speziell vorbereitet werden. Zuerst wurde auf die Rückseite des p-InAs(001)-Substrats in einem Hochvakuum-Pumpenstand (in der AG von Prof. A. Lorke, Duisburg) eine Au:Zn-Legierung als Rückkontakt aufgedampft. Dies geschah mit zwei elektrisch beheizbaren Mo-Schiffchen im Hochvakuum bei  $\approx 1 \cdot 10^{-6}$  mbar. In einem Schiffchen befand sich Au und in dem anderen ein ca. 1 cm langer, mit 10 % Zn legierter Au-Draht, der von Prof. K. Yoh (Sapporo, Japan) zur Verfügung gestellt wurde. Als erstes wurde auf die p-InAs-Rückseite eine ca. 4 - 5 nm dicke reine Au-Schicht aufgedampft, danach wurde dann der komplette Au:Zn-Draht verdampft, was eine Schichtdicke von ca. 200 nm ergab. Als letzter Schritt für den Rückkontakt wurde dann noch eine ca. 600 nm dicke reine Au-Deckschicht aufgedampft. Anschließend wurde vor dem Ausschleusen noch gewartet, bis die Probe wieder auf Raumtemperatur abgekühlt war, denn während des Bedampfens stieg die Substrattemperatur an. Der Au:Zn-Rückkontakt ist nötig, um eine ohmsche Kontaktierung an das p-InAs(001)-Substrat zu gewährleisten.

In einem weiteren Prozessschritt wurde auf einen Teil der vorderen p-InAs(001)-Oberfläche eine ca. 200 - 250 nm dicke Isolatorschicht aufgesputtert. Der andere Teil der Probenoberfläche war abgedeckt. So wurde auf einige p-InAs(001)-Substrate SiO<sub>2</sub> aufgesputtert (durchgeführt von Markus Wahle, AG Prof. U. Kunze, Bochum oder von Saori Kashiwada, AG Prof. K. Yoh, Sapporo). Ebenfalls durch Sputtern wurde auf einige p-InAs(001)-Substrate Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> aufgebracht (durchgeführt von Quoc Thai Do, AG Prof. F.-J. Tegude, Duisburg). Danach wurde mit den Proben so verfahren wie mit den unbehandelten Wafern. Das p-InAs(001)-Substrat mit der Isolatorschicht und dem Au:Zn-Rückkontakt wurde nach der Vorreinigung (Aceton, 2-Propanol und N<sub>2</sub>) ins UHV eingeschleust und die Vorderseite dort, wie in Kapitel 3.2 beschrieben, mit Ar<sup>+</sup>-Sputtern und Heizen gesäubert, bevor die Fe/Tb-Vielfachschicht und die Cr-Schutzschicht (nominell bei RT) aufgedampft wurden. Nach diesem Schritt wurden dann ex-situ die in Kapitel 4.3 beschriebenen CEMS- und SQUID-Untersuchungen durchgeführt.

Bei der Probe (#rp130) wurde in der Gruppe von Prof. K. Yoh (RCIQE, Sapporo, Japan) in Zusammenarbeit mit dessen Mitarbeiter Marhoun Ferhat auf den mittels Heizen und Sputtern gesäuberten p-InAs(001)-Stück in einer Halbleiter-MBE-

Anlage eine epitaktische undotierte InAs(001)-Pufferschicht („Epilayer“) der Dicke  $\approx 500$  nm aufgebracht und mit einer As-Schutzschicht bedeckt. Diese Probe bekam dann noch eine partielle SiO<sub>2</sub>-Isolatorschicht aufgebracht, bevor sie in der im Abschnitt 2.3 beschriebenen UHV-Anlage vorsichtig erhitzt wurde bis die As-Atome der As-Schutzschicht desorbiert waren und mittels RHEED eine saubere, gut geordnete Oberfläche zu beobachten war. Nachdem die Probe auf Raumtemperatur abgekühlt war, konnten mit AES nur die In- und die As-Peaks detektiert werden. Daraufhin wurde die Fe/Tb-Vielfachschicht aufgedampft und anschließend mit Cr vor Oxidation geschützt. Die folgenden Prozessierungsschritte waren identisch mit denen der anderen Proben.

Um die elektrischen und optischen Eigenschaften zu bestimmen, waren zwei weitere Bearbeitungsschritte der Probe nötig. Diese wurden von Saori Kashiwada (AG Prof. K. Yoh, Sapporo) durchgeführt. Als erster Schritt wurde auf der Fe/Tb-Vielfachschicht ein Au:Ti-Kontakt im Gebiet oberhalb der Isolatorschicht aufgebracht. Dadurch war ein guter elektrischer Kontakt mit der Fe/Tb-Vielfachschicht gewährleistet. Aufgrund der relativ dicken Isolatorschicht konnte die Au:Ti-Schicht mit feinen In-Drähten sehr gut kontaktiert werden, ohne die Fe/Tb-Vielfachschicht versehentlich mit elektrischen In-Kontaktspitzen zu durchbohren und zwischen Kontaktspitze und p-InAs(001) einen Kurzschluss zu erzeugen. Der zweite Schritt bestand in einer Prozessierung der Fe/Tb-Vielfachschicht in ein Kammmuster, also in eine zusammenhängende Fläche oberhalb der Isolatorschicht und in einzelne Streifen über dem sauberen p-InAs(001). Aus einer größeren Probe konnten mehrere prozessierte Teilstücke für elektrische und optische Messungen gewonnen werden. Dabei wurden die Abstände beim Kammmuster (Streifenbreite und Streifenabstand) variiert. Eine schematische Darstellung dieser Struktur, jedoch ohne die Cr-Schutzschicht, ist in Abb. 4.13 gezeigt.

#### 4.4.1 Elektrische Eigenschaften

Sowohl die elektrischen als auch die optischen Messungen wurden von mir in Zusammenarbeit mit der Gruppe von Prof. K. Yoh in Sapporo (Japan) durchgeführt. Für die elektrischen Messungen mussten an den Proben noch Zuleitungskontakte angebracht werden. Dazu wurde die Rückseite der Probe (mit dem Au:Zn-Rückkontakt) mit Silberleitkleber auf einen Chipcarrier geklebt. Danach wurde die Au:Ti-Schicht (Abb. 4.13) über einen In-Draht mit einem Pad auf dem Chipcarrier verbunden. Anschließend wurde der Chipcarrier auf einen Probenstab montiert, der zu einem Flüssig-Helium-Durchfluss-Kryostaten gehörte. Damit war es möglich, Strom-

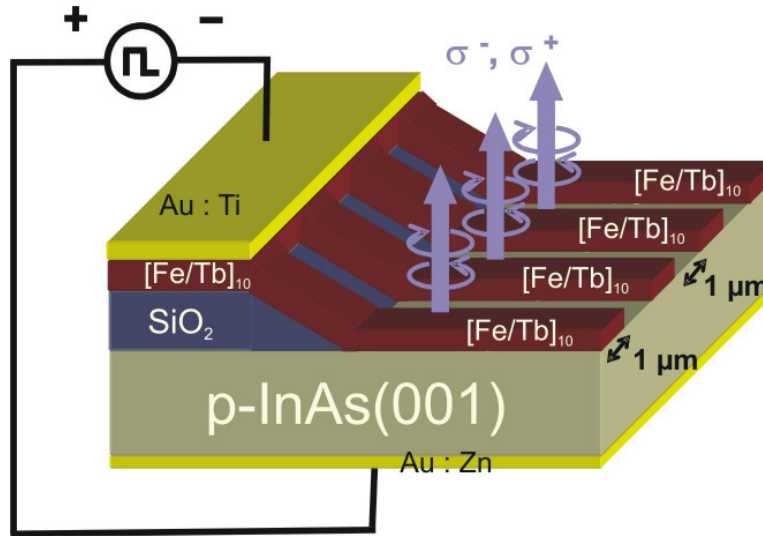


Abbildung 4.13: Schematische Darstellung einer Probe, die für elektrische I-V-Messungen und optische Elektrolumineszenz-Messungen verwendet wurde. Als Substrat wurde p-InAs(001) verwendet, darauf ist eine in Streifen prozessierte Fe/Tb-Vielfachschicht, teilweise auf einer Isolatorschicht ( $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), aufgebracht. Die Fe/Tb-Vielfachschicht besitzt oben eine partielle Au:Ti-Kontaktierungsschicht, während das p-InAs(001)-Substrat einen Au:Zn-Rückkontakt aufweist. Die Cr-Schutzschicht auf der Fe/Tb-Multilayer ist in dieser Zeichnung nicht gezeigt. Ebenfalls angedeutet ist die Beobachtungsrichtung für das aus den Spalten zwischen den Fe/Tb-Streifen austretende Licht. Für den Fall elektrischer Spininjektion sollte je nach senkrechter Magnetisierungsrichtung (hoch oder runter) des Fe/Tb-Kontaktes das austretende Licht links- oder rechts-zirkular polarisiert sein.

Spannungs-(I-V)-Kennlinien in einem großen Temperaturbereich von 1.4 - 300 K aufzunehmen. (Derselbe Kryostat wurde später bei den optischen Messungen benutzt).

In Abb. 4.14 (a) sind gemessene I-V-Kennlinien und in Abb. 4.14 (b) der elektrische Leitwert  $G$  der Probe #rp130a1, die aus einem Teil der Probe #rp130 hergestellt worden war, gezeigt, mit der Messtemperatur als Parameter. Die Probe #rp130a1 besitzt eine Fe/Tb-Streifenbreite und einen Streifenabstand von je  $1\ \mu\text{m}$ . Der qualitative Verlauf zeigt deutlich eine Diodencharakteristik. Zum Schutz der Streifen wurde der maximale Strom auf  $\pm 100\ \text{mA}$  begrenzt, weshalb in den beiden Abbildungen der Strom bei  $\pm 100\ \text{mA}$  aus messtechnischen Gründen nicht weiter steigt bzw. der Leitwert in diesem Bereich bei 0 S liegt und dann sprunghaft ansteigt bzw. abfällt.

In der Abb. 4.14 (a) ist gut zu erkennen, dass es sich um eine Diodencharakteristik handelt, welche mit sinkender Temperatur (z.B. bei 1.6 K) immer ausge-



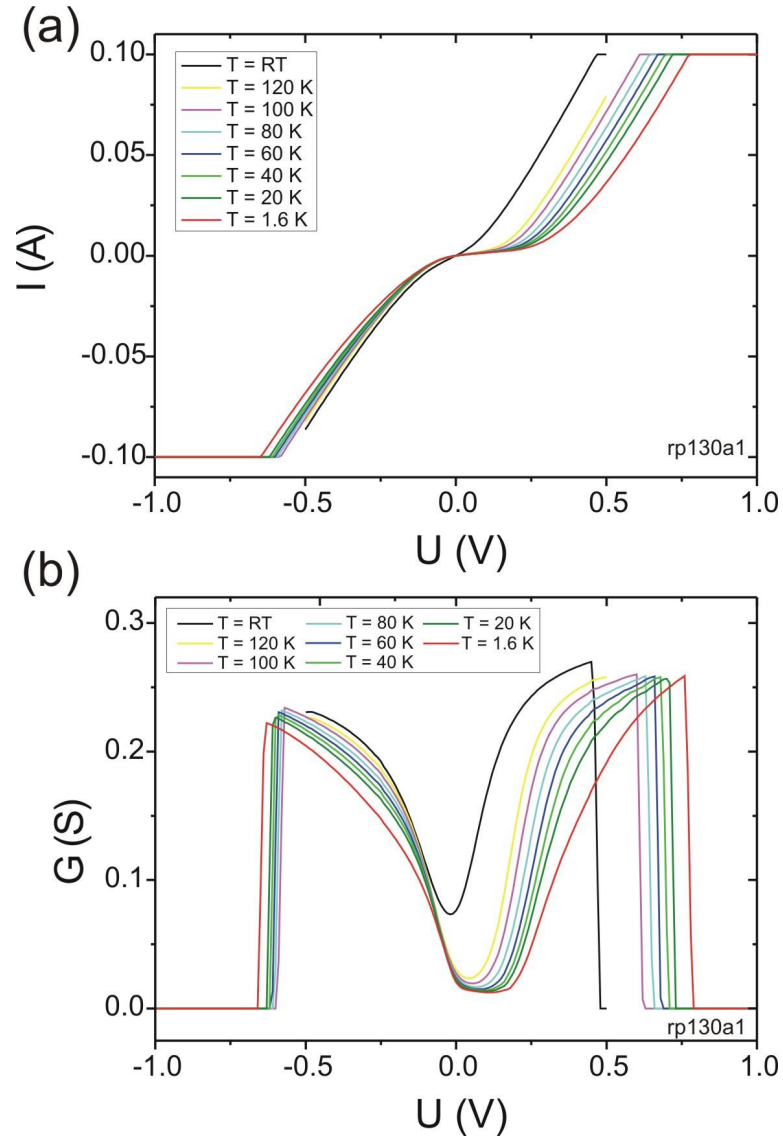


Abbildung 4.14: (a)  $I$ - $V$ -Kennlinien der  $(\text{Tb}/\text{Fe})/\text{p-InAs}(001)$ -Probe #rp130a1 mit einer  $\text{Fe}/\text{Tb}$ -Streifenbreite von  $1 \mu\text{m}$  und einem Streifenabstand von  $1 \mu\text{m}$ , gemessen bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von  $T = 1.6 - 300 \text{ K}$ . In (b) ist der entsprechende elektrische Leitwert  $G$  dieser Probe gezeigt.

prägender wird. Dies beweist, dass bei einem  $\text{Fe}/\text{p-InAs}(001)$ -Übergang eine Schottky-Barriere mit relativ kleiner Barrierenhöhe existiert. Diese fällt bei RT wegen des Boltzmann-Faktors kaum ins Gewicht, aber bei sinkender Temperatur ändert sich die  $I$ - $V$ -Kennlinie, was an dem verspätet einsetzendem Anstieg des Stroms in positiver Spannungsrichtung zu sehen ist. Weiter fällt auf, dass der Leitwert in dem Bereich kleiner positiver Spannungen ( $\sim 0.0 - 0.3 \text{ V}$ ) abnimmt, wie es von einer Esaki-Diode [91, 92] bekannt ist. Bei dieser Probe (Abb. 4.14 (b)) wird der elektrische Leitwert aber nicht negativ. Das Verhalten des elektrischen Leitwerts könnte durch bandübergreifendes Tunneln erklärt werden. Es findet eine Abnahme des

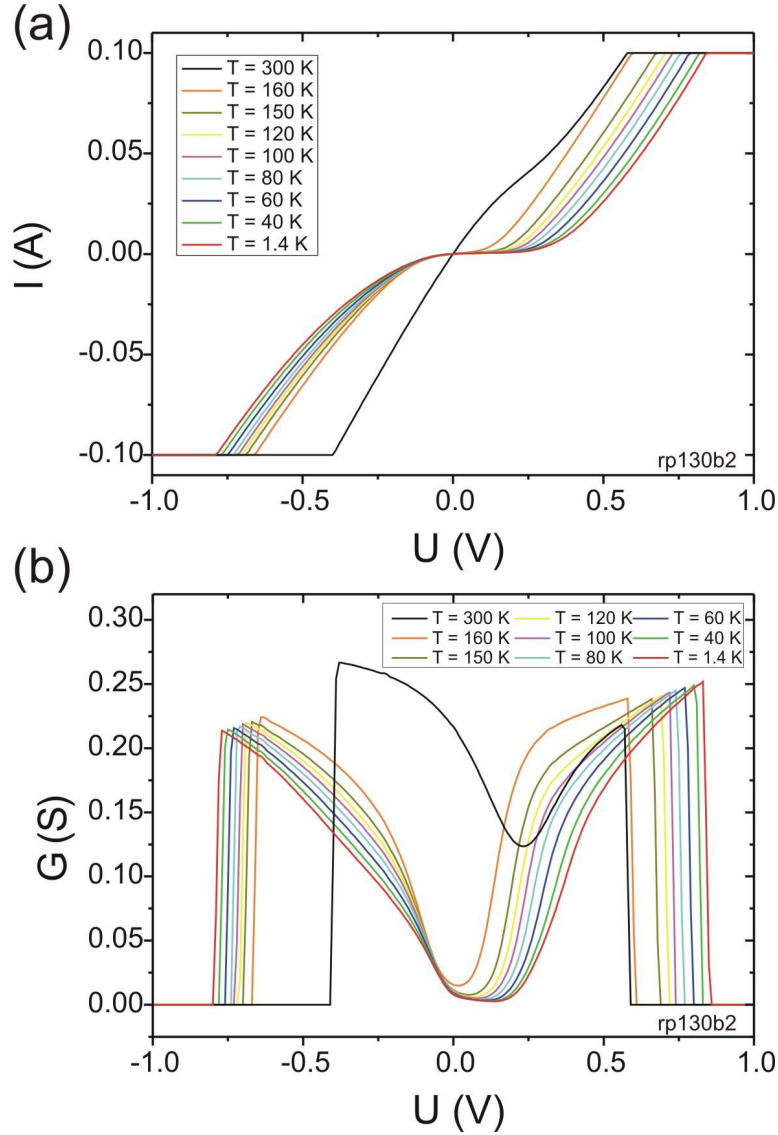


Abbildung 4.15: (a)  $I$ - $V$ -Kennlinien der (Tb/Fe)/p-InAs(001)-Probe #rp130b2 mit einer Fe/Tb-Streifenbreite von  $2\text{ }\mu\text{m}$  und einem Streifenabstand von  $2\text{ }\mu\text{m}$ , gemessen bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von  $T = 1.4 - 300\text{ K}$ . In (b) ist der entsprechende elektrische Leitwert  $G$  dieser Probe gezeigt.

Leitwerts statt, wenn für die tunnelnden Elektronen keine erlaubten Zustände im p-InAs(001) vorhanden sind. Des weiteren ist der exponentielle Anstieg in Vorwärtsrichtung (bei positiver Spannung) stärker als in Rückwärtsrichtung (bei negativer Spannung).

In Abb. 4.15 (a) sind die gemessenen  $I$ - $V$ -Kennlinien sowie der elektrische Leitwert  $G$  (b) der Probe #rp130b2 dargestellt. Die Probe #rp130b2, welche ebenfalls aus der Probe #rp130 hergestellt worden war, besaß eine Fe/Tb-Streifenbreite und

einen Streifenabstand von je  $2\text{ }\mu\text{m}$ . Der qualitative I-V-Verlauf entspricht auch hier wieder einer Diodencharakteristik. Sie ist quantitativ sehr ähnlich der Charakteristik der Probe #rp130a1 (Abb. 4.14), welche aber eine Fe/Tb-Streifenbreite und einen Streifenabstand von je  $1\text{ }\mu\text{m}$  besaß. Auch in Abb. 4.15 (b) wird der elektrische Leitwert  $G$  nicht negativ. Ein negativer Leitwert würde auf eine höhere Lichtausbeute bei der Elektrolumineszenz hoffen lassen, da genau diejenigen Elektronen, welche vom Fe durch die Schottky-Barriere ins p-InAs(001) tunneln, spinpolarisiert und demnach ein größeres optisches Elektrolumineszenz-Signal mit höherem zirkularem Polarisationsgrad liefern sollten.

#### 4.4.2 Optische Eigenschaften: Elektrolumineszenz

Es wurde der Versuch unternommen, die Elektrolumineszenz der mit Fe/Tb-Kontakten versehenen p-InAs(001)-Proben und ihre optische Polarisation zu beobachten. Bei den optischen Messungen wurde festgestellt, dass es sehr schwer ist, ein optisches Signal zu bekommen, welches groß und stabil genug war, um sich deutlich vom Rauschen zu unterscheiden. Wahrscheinlich war bei den gesputterten und getemperten p-InAs(001)-Oberflächen die Grenzflächenbeschaffenheit zwischen dem epitaktischen Fe(001)-Film und dem p-InAs(001)-Substrat noch nicht gut genug. Aus diesem Grund wurde bei einer Probe (#rp130) in der Gruppe von Prof. K. Yoh (RCIQE, Sapporo, Japan) in Zusammenarbeit mit dessen Mitarbeiter Marhoun Ferhat auf den mittels Heizen und Sputtern gesäuberten p-InAs(001)-Stücken in einer Halbleiter-MBE-Anlage eine epitaktische undotierte InAs(001)-Pufferschicht („Epilayer“) der Dicke  $\approx 500\text{ nm}$  aufgebracht (siehe Abschnitt 4.4). Der Probenaufbau ist in Abb. 4.13 schematisch gezeigt.

In Abb. 4.16 ist der verwendete optische Aufbau schematisch dargestellt, mit dem das aus der Probe #rp130a1 emittierte Elektrolumineszenz-Licht wellenlängenabhängig untersucht wurde. Die genaue elektrische Schaltung, die verwendet wurde, wird später (Abb. 4.18) gezeigt. Generell sei gesagt, dass die Justierung der optischen Komponenten aufgrund der Wellenlänge im fernen Infraroten ( $\lambda \sim 3\text{ }\mu\text{m}$ ) nicht trivial war. Es konnte also nur anhand der Intensität des im InSb-Detektor ankommenden Lichtes optimiert werden. Daher wurde der optische Strahlengang vorher mit dem sichtbaren Licht einer normalen Lampe vorjustiert und am Ende die Feinjustierung mit dem direkten Infrarot-Licht aus der Probe durchgeführt. Im Mittelpunkt steht der He-Durchflussskryostat der Fa. Oxford, in dem eine Temperatur von  $T = 1.4\text{ K}$  erreicht werden konnte bei gleichzeitigem Anlegen eines magnetischen Feldes von bis zu  $B = \pm 10\text{ T}$ . Der Kryostat besitzt eine abpump-



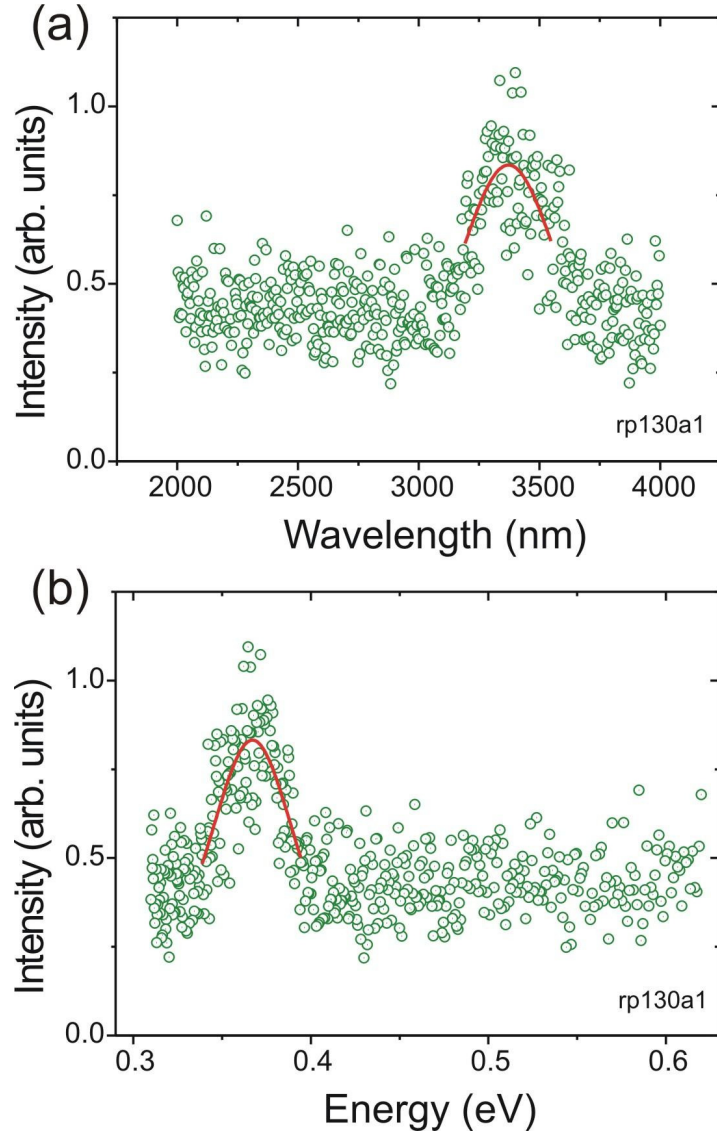


Abbildung 4.17: Gemessene Intensität des Elektrolumineszenz-Lichtes, welches aus der Probe #rp130a1 bei  $T = 1.6$  K,  $B = 0$  T,  $U = 1.2$  V und  $f = 113$  Hz austritt ( $f = \text{Modulationsfrequenz}$ ). In (a) ist die Intensität in Abhängigkeit von der Wellenlänge gezeigt, wobei der Peak mit einem Teilstück einer Lorentzkurve (rote Kurve) angepasst wurde um die Peaklage zu bestimmen. Das Maximum liegt bei  $\lambda_{\text{max}} = 3370$  nm. In (b) ist das gleiche Messergebnis gezeigt, nur dass die Wellenlänge  $\lambda$  in Photonenenergie umgerechnet wurde. Die angepasste Lorentzkurve (rote Kurve) besitzt ein Maximum bei  $E_{\text{max}} = 0.37$  eV.

durchgeführt. Dann wurde der Monochromator wellenlängenabhängig durchgeföhren und die ankommende Signalstärke des Lichtes mit dem InSb-Detektor gemessen.

In der Abb. 4.17 (a) ist das Ergebnis dieser Messung gezeigt. Dort ist die Intensität des Elektrolumineszenz-(El)-Lichtes als Funktion der Wellenlänge ohne opti-

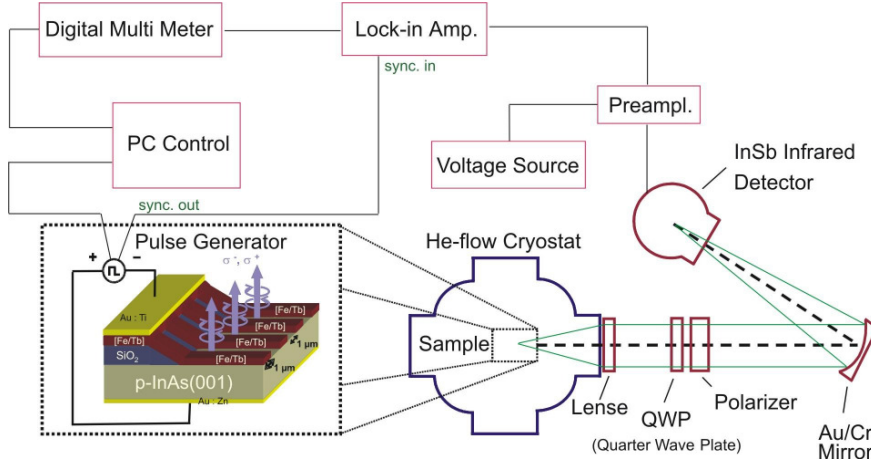


Abbildung 4.18: Schematische Darstellung des optischen Aufbaus und der Elektronik, mit dem die Polarisation des Elektrolumineszenz-Lichts gemessen wurde. Die Probe ist auch noch einmal vergrößert innerhalb des gestrichelten Rechtecks dargestellt. Die Lichtemission/Detektion erfolgte nach oben, und das Licht trat zwischen den Spalten der mikrostrukturierten Fe/Tb-Streifen und parallel zur senkrechten Komponente der Fe/Tb-Magnetisierung aus.

sche Polarisationsanalyse aufgetragen. Es ist deutlich ein Peak bei 3350 - 3400 nm zu erkennen. Um die Lage des Maximums dieses Peaks zu bestimmen, wurden die Messdaten im Bereich des Peaks mit dem Teilstück einer Lorentzkurve (rote Kurve in Abb. 4.17) angepasst. Diese Anpassung besitzt ein Maximum bei einer Wellenlänge von  $\lambda_{max} = 3370 \pm 10$  nm. In Abb. 4.17 (b) ist die gleiche Messkurve gezeigt, nur wurde die Wellenlänge der Photonen in die entsprechende Photonenenergie umgerechnet. Auch hier wurde mit dem Teilstück einer Lorentzkurve angepasst, um das Maximum bei einer Energie von  $E_{max} = 0.37 \pm 0.01$  eV zu ermitteln.

Der erhaltene Wert von  $E_{max}$  ist in guter Übereinstimmung mit der Literatur, wo bei tiefer Temperatur ( $T = 0$  K) eine Bandlücke von 0.36 eV für undotiertes InAs angegeben wird [93]. Obwohl sich Bandlücken prinzipiell mit der Dotierung ändern können, also wurde an dem hier verwendeten p-dotierten InAs(001) die Bandlückenenergie von undotiertem InAs gemessen. Die Messung in Abb. 4.17 beweist, dass das emittierte El-Licht mit dem InSb-Detektor nachgewiesen werden kann und somit im apparativen Wellenlängen-Empfindlichkeitsbereich des InSb-Detektors liegt. In Abb. 4.17 ist auch zu erkennen, dass die Fluktuation der Messwerte recht groß und das Signal-Rausch-Verhältnis relativ klein ist, was ein schwerwiegendes Problem bei diesen optischen Messungen, selbst ohne Polarisationsanalyse, war.

Der schematische optische und elektrische Aufbau für die optischen Polarisationsmessungen ist in Abb. 4.18 gezeigt. Der Aufbau ist demjenigen in Abb. 4.16

sehr ähnlich. Die Probe befindet sich wieder in der Kroyostaten-Probenkammer und ist elektrisch an den Pulsgenerator ( $f = 113.0$  Hz) angeschlossen. Das emittierte Elektrolumineszenz-Licht wird wieder durch die Sammellinse aufgefangen, als Parallelbündel weitergeleitet, und durchläuft anschließend ein  $\lambda/4$ -Plättchen und einen Polarisator bevor es über einen Au/Cr-Hohlspiegel auf den InSb-Detektor fokussiert wird. Der InSb-Detektor ist mit flüssigem Stickstoff gekühlt und ist an einen Vorverstärker, der mit einer Spannungsquelle versorgt wird, angeschlossen. Das vorverstärkte Signal geht dann in einen Lock-In-Verstärker, der auch gleichzeitig ein Digitales Voltmeter ist und mit dem Pulsgenerator synchronisiert ist. Der Lock-In-Verstärker gibt die Ergebnisse an den PC, welcher auch mit dem Pulsgenerator verbunden ist. Auf dem PC läuft ein LabView-Programm, mit dem die Messdaten aufgenommen werden.

Während einer kompletten Messung konnte über mehrere einzelne Messwerte gemittelt werden. Aus den Werten, die für die Mittelung benutzt wurden, wurde vom Programm auch die Standardabweichung für jeden Wert errechnet und angegeben. Je mehr Werte für die Mittelung benutzt wurden, desto genauer wurde der Mittelwert. Jedoch trat bei den Messungen ein nicht vermeidbares Phänomen auf: je länger bei unveränderten apparativen Einstellungen gemessen wurde, desto geringer wurde die vom InSb-Detektor registrierte Intensität. Wahrscheinlich heizte sich die Probe intern durch den elektrischen Strom geringfügig auf und die Elektron-Phonon-Streuung nahm dadurch zu mit der Konsequenz, dass die El-Lichtausbeute geringer wurde. Daher war es bei den Messungen wichtig, die richtige Abwägung zwischen einer guten Statistik und einer nicht zu langen Messzeit zu machen. Außerdem musste mit dem Effekt gekämpft werden, dass sich das optische Fenster des Kroyostaten mit der Zeit beschlagen hat.

Der Versuchsaufbau zum optischen Nachweis der Spininjektion, wie er in Abb. 4.18 zu sehen ist, wurde aus folgenden Überlegungen gewählt. Das  $\lambda/4$ -Plättchen erzeugt aus dem zirkular polarisiertem Licht, welches durch Rekombination vom Fe ins p-InAs(001) injizierten spinpolarisierten Elektronen mit unpolarisierten Löchern entsteht, linear polarisiertes Licht. Durch Drehung der relativen Winkelstellung  $\varphi$  des  $\lambda/4$ -Plättchen zum Polarisator würde sich dann im Idealfall eine Änderung der El-Intensität gemäß einer  $\cos^2\varphi$ -Funktion ergeben, wenn von der Probe zirkular polarisiertes Licht emittiert werden würde. Bei einer kompletten Drehung um  $360^\circ$  könnten dann die relativen Winkel  $\varphi$  für die Maxima und Minima der El-Intensität bestimmt werden. Daraufhin kann dann durch Drehen der relativen Winkelstellung  $\varphi$  die Rechts- bzw. die Links-Zirkulare-Komponente des El-Lichtes bestimmt werden. Aus diesen beiden Komponenten lässt sich dann der Polarisationsgrad für eine



bekannte Magnetisierung der Fe/Tb-Streifen bestimmen. Dieses Verfahren wurde auch bei Ohno et al. [5] gewählt. Das Gleiche sollte dann mit vertauschten Rollen für Maxima und Minima bei umgekehrter senkrechter Magnetisierung der Fe/Tb-Streifen (nach Ummagnetisierung mit Hilfe eines externen Magnetfeldes) passieren. Zu diesem Zweck sollte dann die Magnetisierung mit dem im Kryostaten eingebauten Magneten, der ein magnetisches Feld bis zu 10 T senkrecht zur Probenfläche anlegen kann, geändert werden. Trotz intensiver Suche war aber mit diesem Versuchsaufbau an meinen Proben keine Änderung der El-Lichtintensität beim Drehen des relativen Winkels zwischen  $\lambda/4$ -Plättchen und Polarisator zu messen. Die elektrische Spininjektion in Remanenz konnte also unter den hier beschriebenen Bedingungen an Tb/Fe auf p-InAs(001) nicht optisch nachgewiesen werden.

Es wurde auch eine Messung mit eingebautem Polarisator **ohne**  $\lambda/4$ -Plättchen durchgeführt und dabei der Winkel des Polarisators relativ zur Probe gedreht. Jetzt war eine deutliche Winkelabhängigkeit der Intensität messbar. Der gemessene Effekt war von der gleichen Größenordnung wie bei den optischen Untersuchungen zur elektrischen Spininjektion aus mikrostrukturierten Fe-Streifen in p-InAs(001) in einem starken senkrechten Magnetfeld von Ohno et al. [5] und Yoh et al. [82]. Mein Messergebnis, bei dem eine deutliche Abhängigkeit der Intensität der Elektrolumineszenz vom eingestellten Winkel des Polarisators relativ zur Probe beobachtet wurde, ist in Abb. 4.19 (a) gezeigt. Um dem Effekt der abnehmenden Elektrolumineszenz-Intensität als Funktion der Zeit (drift) etwas auszugleichen, wurde die Messung (ausgehend vom Winkel  $0^\circ$ ) in  $30^\circ$ -Schritten durchgeführt; nach einer kompletten  $360^\circ$ -Drehung wurde dann (ausgehend vom Winkel  $10^\circ$ ) wieder in  $30^\circ$ -Schritten weiter gemessen, usw.

Diese Messung der Abb. 4.19 (a) erfolgte an der Probe #rp130a1 in Remanenz bei einer Temperatur von  $T = 6.7$  K, im externen Nullfeld ( $B = 0$  T), einer angelegten Spannung zwischen Probenrückseite und bedampfter (mikrostrukturierter) Vorderseite von  $U = 0.68$  V und einer Taktfrequenz der Spannung von  $f = 113$  Hz. In Abb. 4.19 (a) lassen sich mit dem Auge Intensitätsmaxima bei  $\sim 0^\circ$ ,  $180^\circ$  und  $360^\circ$  sowie Intensitätsminima bei  $\sim 90^\circ$  und  $270^\circ$  erkennen. Dieses Ergebnis beweist, dass das von der Probe emittierte Licht ohne Zweifel einen starken linear polarisierten Anteil besitzt.

Um einen Hinweis auf die Herkunft der linearen Polarisation zu bekommen, wurde die Probe nach der Messung (Abb. 4.19 (a)) ausgebaut und im Vergleich zur Probenstellung gemäß Abb. 4.19 (a) um  $90^\circ$  um die Film-Normalenrichtung gedreht



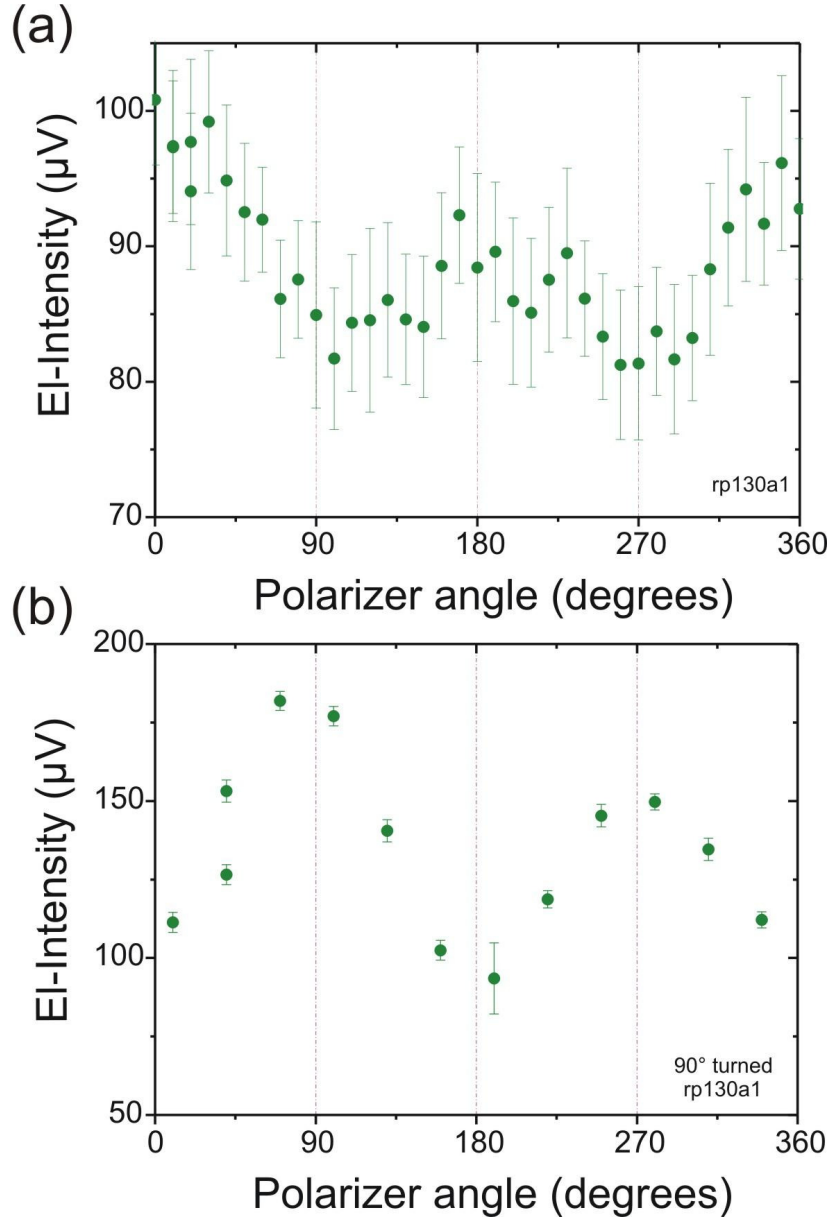


Abbildung 4.19: In (a) ist die Abhängigkeit der gemessene Elektrolumineszenz-Intensität vom eingestellten Winkel des Polarisators (relativ zur Probe) gezeigt. Das Licht wurde an der Probe #*rp130a1* in Remanenz bei  $T = 6.7\text{ K}$ ,  $B = 0\text{ T}$ ,  $U = 0.68\text{ V}$  und  $f = 113\text{ Hz}$  gemessen. In (b) wurde die Probe im optischen Kryostat relativ zum Fall (a) um die Filmnormalenrichtung um den Azimutwinkel von  $90^\circ$  gedreht eingebaut und die Elektrolumineszenz-Intensität bei  $T = 1.6\text{ K}$ ,  $B = 0\text{ T}$ ,  $U = 1.2\text{ V}$  und  $f = 113\text{ Hz}$  gemessen. Die Messungen in (a) und (b) erfolgten mit dem Aufbau der Abb. 4.18, jedoch ohne das  $\lambda/4$ -Plättchen.

und wieder eingebaut. Dazu musste der Probenhalter ausgebaut, der Chipcarrier vom Probenhalter abgenommen und die Probe vom Chipcarrier gelöst werden. Dann wurde die Probe mit Silberleitkleber um  $90^\circ$  gedreht wieder auf den Chipcarrier geklebt und neu kontaktiert. Anschließend wurde der Chipcarrier wieder

auf den Probenhalter gesetzt und dieser erneut in den Kryostaten eingebaut. Bei der ersten Messung [Abb. 4.19 (a)] verliefen die Fe/Tb-Streifen vertikal bezüglich des Labor-Fußbodens, und nach dem Drehen um  $90^\circ$  verliefen sie horizontal. Die Pobenoberfläche war nach wie vor zum optischen Fenster hin gerichtet. Danach wurde an der um  $90^\circ$  gedrehten Probe erneut eine optische Messung (ohne  $\lambda/4$ -Plättchen und nur mit Polarisator) in Remanenz bei  $T = 1.6$  K, wieder im Nullfeld ( $B = 0$  T), einer Spannung  $U = 1.2$  V und einer Frequenz von  $f = 113$  Hz durchgeführt. Dieses Messergebnis ist in Abb. 4.19 (b) zu sehen. Bei dieser Messung wurde bei einem eingestelltem Polarisatorwinkel (relativ zur Probe) von  $40^\circ$  begonnen und auch wieder in  $30^\circ$ -Schritten gemessen. Allerdings wurde diese Messung nach einer vollen Umdrehung des Polarisators beendet. Es ist deutlich zu sehen, dass sich in Abb. 4.19 (b) die Winkel für Intensitätsmaxima und -minima gegenüber der ersten Messreihe [Abb. 4.19 (a)] um  $90^\circ$  verschoben haben. Mit anderen Worten: Die Polarisationsrichtung des linear polarisierten Lichtes im Falle der Abb. 4.19 (b) liegt im Vergleich zu Abb. 4.19 (a) um  $90^\circ$  gedreht vor, was dem Drehwinkel der Probe entspricht. Aus diesem Grund ist die Annahme berechtigt, dass die beobachtete lineare Polarisation durch die aufgedampften und prozessierten Fe/Tb-Streifen der Probe verursacht wurden. Es könnte also aus dem p-InAs(001) durchaus zirkularpolarisiertes Elektrolumineszenz-Licht ausgetreten sein, welches dann aber durch die Fe/Tb-Streifen durch Filter-Effekte linear polarisiert wurde.

Es ist bekannt, dass metallische „Drahtgitter“-Anordnungen, bei denen der Drahtabstand (hier  $1\ \mu\text{m}$ ) kleiner als die IR-Lichtwellenlänge (hier  $3.37\ \mu\text{m}$ ) ist, die elektrische Feldstärkekomponente in Drahtrichtung absorbieren und senkrecht dazu durchlassen. Das durch das Drahtgitter transmittierte Licht wird daher linear polarisiert, so wie es hier beobachtet wurde. Offensichtlich wirkt das Fe/Tb-Streifenmuster wie ein Infrarot-Drahtgitterpolarisator [94]. Die Fe/Tb-Vielfachschicht ist dafür auch dick genug. Immerhin besitzt sie zusammen mit der Cr-Schutzschicht eine komplette Schichtdicke von  $\sim 660$  nm. Leider war es im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr möglich, eine andere Maske anzufertigen, um ein neues anderes Muster aus dem Fe/Tb-Vielfachschichtenfilm zu prozessieren, z.B. kreisförmige Öffnungen. Mit einem anderen Muster wäre der Einfluss der Fe/Tb-Vielfachschicht auf die Lichtpolarisation vielleicht unterdrückt worden, und es wäre vielleicht möglich gewesen, mit einer optischen Messung die Zirkularpolarisation als Folge der elektrischen Spininjektion in Remanenz nachzuweisen.

Da die Messung gemäß Abb. 4.19 ohne das  $\lambda/4$ -Plättchen stattgefunden hat, wurde eine weitere Messung zur Abhängigkeit der Intensität des Elektrolumineszenz-Lichtes von der angelegten Spannung  $U$  mit dem Aufbau der Abb. 4.18, jedoch oh-

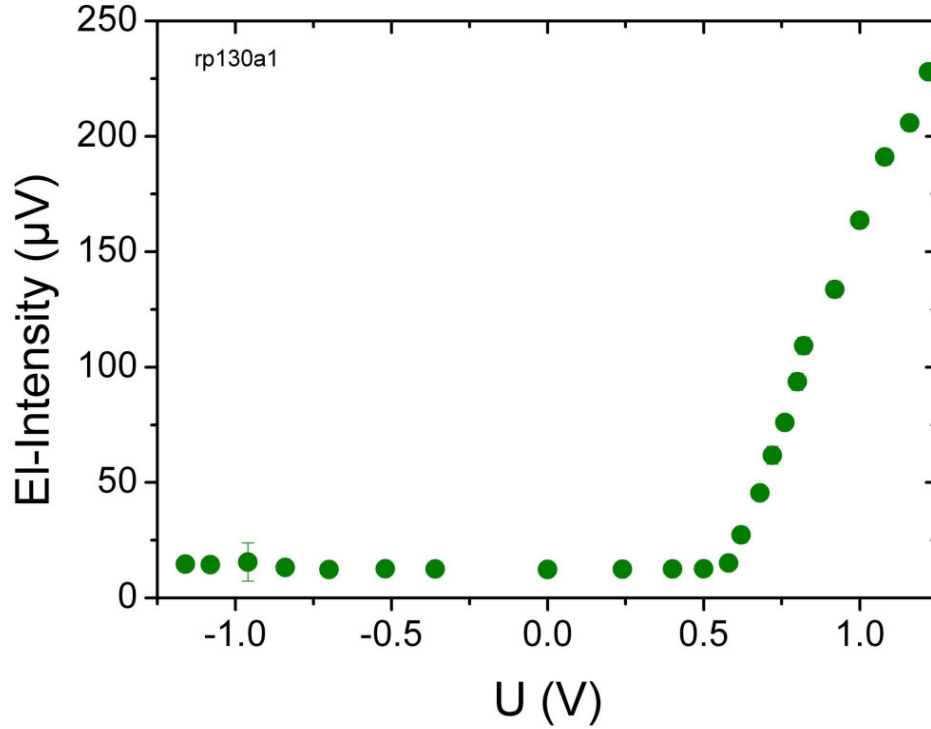


Abbildung 4.20: Abhängigkeit der gemessenen Elektrolumineszenz-Intensität von der angelegten Spannung  $U$ . Das Licht wurde in der Probe #rp130a1 in Remanenz bei  $T = 1.6$  K,  $B = 0$  T und  $f = 113$  Hz erzeugt. Die Messung erfolgte mit dem Aufbau der Abb. 4.18, jedoch ohne das  $\lambda/4$ -Plättchen, und der Polarisator stand auf  $80^\circ$  relativ zur Probe (entsprechend Abb. 4.19 (b)).

ne das  $\lambda/4$ -Plättchen, durchgeführt. Dieses Messergebnis ist in Abb. 4.20 gezeigt. Das Elektrolumineszenz-Licht wurde in der Probe #rp130a1 in Remanenz bei  $T = 1.6$  K,  $B = 0$  T und  $f = 113$  Hz erzeugt. Bei dieser Messung beträgt die Intensität des Elektrolumineszenz-Lichtes (in willkürlichen Einheiten) ca.  $100 \mu\text{V}$  im InSb-Detektor, wenn die angelegte Spannung ca.  $+0.7$  V beträgt. Bei dieser Spannung kommt genügend Elektrolumineszenz-Licht im InSb-Detektor an und die Aufheizung in der Probe durch den angelegten Strom ist noch gering. In Abb. 4.20 wird, wie in Abb. 4.14, die Diodencharakteristik deutlich. Bei negativen Spannungen ist kaum El-Intensität oberhalb des Rauschens zu erkennen. Lediglich das Rauschen wird bei geringeren negativen Spannungen etwas größer, da es durch den größeren Strom zu einer geringen Aufwärmung in der Fe/p-InAs(001)-Grenzschicht der Probe kommt, wodurch es zu einem erhöhten Streupotenzial in der Fe/p-InAs(001)-Grenzschicht kommt. Bei positiven angelegten Bias-Spannungen, die größer als die Schottky-Barriere sind ( $> 0.3$  V), ist ein deutlicher Anstieg in der Intensität des Elektrolumineszenz-Lichtes zu beobachten. Bei nur geringen positiven Spannungen bleibt die Intensität des emittierten Elektrolumineszenz-Lichts, wie bei negativen

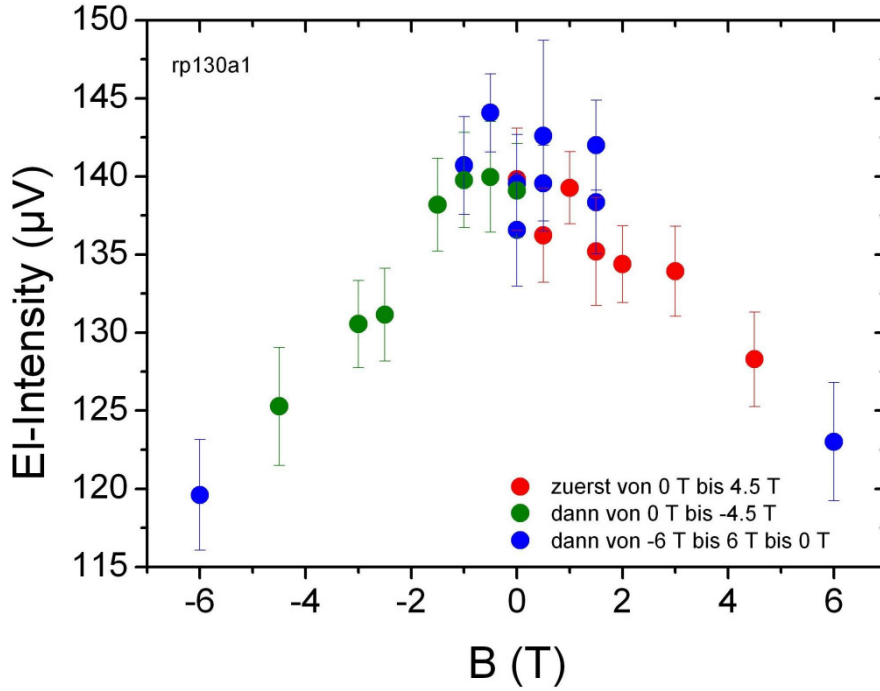


Abbildung 4.21: Abhängigkeit der gemessenen Elektrolumineszenz-Intensität vom externen Magnetfeld  $B$ . Das Licht wurde in der Probe #rp130a1 bei  $T = 1.4$  K,  $U = 0.96$  V und  $f = 113$  Hz erzeugt. Das Magnetfeld war senkrecht zur Filmfläche angelegt. Die Messung erfolgte mit dem Aufbau der Abb. 4.18, jedoch ohne das  $\lambda/4$ -Plättchen, und der Polarisator stand auf  $80^\circ$  relativ zur Probe (entsprechend Abb. 4.19 (b)).

Spannungen, im Rauschniveau.

Es erschien weiterhin als interessant, wie sich die Intensität des Elektrolumineszenz-Lichts in Abhängigkeit von einem senkrechten externen Magnetfeld (bei konstanter Bias-Spannung  $U$ ) verhält. Deshalb wurde (wiederum mit dem Aufbau der Abb. 4.18 und ohne das  $\lambda/4$ -Plättchen) ein Magnetfeld senkrecht zur Filmoberfläche angelegt und dessen Einfluss untersucht. Das Ergebnis ist in Abb. 4.21 zu sehen. Das Licht wurde in der Probe #rp130a1 bei  $T = 1.4$  K,  $U = 0.96$  V und  $f = 113$  Hz erzeugt. In Abb. 4.21 ist deutlich zu erkennen, dass die gemessene EL-Intensität mit zunehmendem Betrag des angelegten Magnetfeldes abfällt. Innerhalb der Fehlerbalken ist die Abhängigkeit in Abb. 4.21 symmetrisch zur  $B = 0$  T-Achse. Die Messpunkte wurden in der selben Reihenfolge aufgenommen, wie in Tabelle 4.5 angegeben. Eine mögliche Erklärung für das in Abb. 4.21 beobachtete Verhalten könnte in der Erniedrigung oder Drehung der linearen Polarisierung des EL-Lichtes aufgrund des senkrecht angelegten Magnetfeldes liegen. Der Polarisierungseffekt des

Tabelle 4.5: Die Messwerte, die in Abb. 4.21 gezeigt sind. Die Reihenfolge, in der die Messwerte aufgenommen wurden, stimmt überein mit der Reihenfolge der Werte von oben nach unten (erst linke Spalte, dann rechte Spalte).  $B$  ist das angelegte Magnetfeld (senkrecht zur Probenoberfläche),  $El$ -Intensität ist die Intensität des Elektrolumineszenz-Lichtes im InSb-Detektor und  $\sigma$  ist die Standardabweichung vom Mittelwert der  $El$ -Intensitätswerte. Das Licht wurde in der Probe #rp130a1 bei  $T = 1.4$  K,  $U = 0.96$  V und  $f = 113$  Hz erzeugt.

B	El-Intensität	$\sigma$	B	El-Intensität	$\sigma$
(T)	( $\mu$ V)	( $\mu$ V)	(T)	( $\mu$ V)	( $\mu$ V)
0.0	139.8	3.3	-3.0	130.6	2.8
0.5	136.2	3.0	-4.5	125.3	3.8
1.0	139.3	2.3	-6.0	119.6	3.8
1.5	135.2	3.5	-1.0	140.7	3.1
2.0	134.4	2.5	-0.5	144.1	2.5
3.0	133.9	2.9	0.0	136.6	3.6
4.5	128.3	3.0	0.5	139.6	2.4
0.0	139.1	3.0	1.5	138.3	3.3
-0.5	140.0	3.6	6.0	123.0	3.8
-1.0	139.8	3.1	1.5	142.0	2.9
-1.5	138.2	3.0	0.5	142.6	6.1
-2.5	131.2	3.0	0.0	139.5	3.2

„Drahtgitter-Polarisators“ aus den in der Filmebene liegenden Fe/Tb-Streifen wird möglicherweise durch die Lorentzkraft des senkrechten Magnetfeldes mit zunehmendem Betrag des Magnetfeldes vermindert. Es könnte auch sein, dass durch die Lorentzkraft des senkrechten Magnetfeldes die mittlere Spin-Diffusionslänge der Elektronen verkleinert wird und es zu weniger Rekombinationen zwischen Elektronen und Löcher, die zur  $El$ -Intensität beitragen, kommen.

## 4.5 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde gezeigt, dass es möglich ist, ferromagnetische Fe/Tb-Viel-fachschichten, die bei tiefen Temperaturen (77 - 80 K) eine senkrechte magnetische Anisotropie und große Koerzitivfelder besitzen, auf nominell undotiertem oder p-dotiertem InAs(001) mittels MBE herzustellen. Mit CEMS ergab sich als wichtiges Ergebnis, dass die erste epitaktisch gewachsene Fe(001)-Schicht, welche direk-

ten Kontakt mit der reinen InAs(001)-Oberfläche bildet, eine große senkrechte Fe-Spin-Komponente besitzt. Dies ist eine Voraussetzung dafür, dass an diesem System elektrische Spininjektion im magnetischen Nullfeld, d.h. in Remanenz, in Faraday-Geometrie optisch nachzuweisen. Mit CEMS wurde auch bewiesen, dass es (wie auch schon im Kapitel 3 beschrieben) keine „magnetisch tote Schicht“ an der Fe(001)/p-InAs(001)-Grenzfläche gibt.

Die elektrischen I-V-Messungen an den Fe/Tb-Kontakten auf p-InAs(001) zeigen eine deutliche Diodencharakteristik, die bei sinkender Temperatur (bis 1.6 K) immer ausgeprägter wird. Dies weist auf eine Schottky-Barriere hin, eine grundlegende Voraussetzung für elektrische Spininjektion. Bei 1.6 K konnte erfolgreich Elektrolumineszenz-Licht im fernen IR-Bereich Proben mit lateral mikrostrukturierten Fe/Tb-Kontakten nachgewiesen werden. Mittels eines IR-Monochromators wurde die Wellenlänge des emittierenden Lichtes zu  $\lambda = 3370 \pm 10$  nm bestimmt. Dies entspricht einer Photonenenergie von  $0.37 \pm 0.01$  eV, was auch der bekannte Bandabstand von 0.36 eV von undotiertem InAs bei 0 K ist. Der Nachweis von zirkularer Polarisation des Elektrolumineszenz-Lichts in Remanenz und in Faraday-Geometrie ist wegen des kleinen Signal-Rausch-Verhältnisses leider nicht gelungen. Andererseits wurde ein genügend großes Elektrolumineszenz-Signal mit linearer Polarisation beobachtet. Allerdings wird die hier beobachtete lineare Polarisation durch die Filter-Wirkung des lateral strukturierten Fe/Tb-Streifenmusters („Drahtgitter-Polarisator“) induziert und hängt nicht mit elektrischer Spininjektion zusammen. Es muss betont werden, dass es für die Ausbeute der Elektrolumineszenz entscheidend ist, eine saubere, defektfreie und geordnete Fe/p-InAs(001)-Grenzfläche zu präparieren. Dies wurde schon in Ref. [4] theoretisch vorhergesagt. Dies gelang hier durch das Aufwachsen einer (wahrscheinlich defektarmen) epitaktischen InAs(001)-Pufferschicht („Epilayer“) auf der gereinigten p-InAs(001)-Wafer-Oberfläche einer Probe (#rp130a1). Die Intensität und das Signal-Rausch-Verhältnis des Elektrolumineszenz-Lichts wurde durch das Aufbringen der Epilayer wesentlich größer, wodurch optische Polarisationsmessungen erst möglich wurden.

# Kapitel 5

## Mössbauer-Spektroskopie an ultradünnen Eisenfilmen auf GaAs(001)

### 5.1 Einleitung

Neben der Ferromagnet/Halbleiter-Heterostruktur Fe/InAs(001) ist vor allem das Materialsystem Fe/GaAs(001) ein möglicher Kandidat für zukünftige Spintronik-Bauelemente ([95] - [100]). So konnte schon elektrische Spininjektion bei Raumtemperatur von einem Fe-Kontakt in eine GaAs/AlGaAs-LED-Struktur optisch nachgewiesen werden [10]. Einen guten Überblick über das System Fe/GaAs(001) wird in dem Artikel von Wastlbauer und Bland [11] gegeben. Ein Hauptvorteil von GaAs(001) als Substrat für einen Fe-Film ist, dass Fe sehr gut epitaktisch aufwachsen kann, da bei bcc-Fe die Gitterkonstante fast halb so groß ist wie bei GaAs(001) ( $2a_{Fe}/a_{GaAs} = 1.012$ ). Nominell sollte demnach der Fe(001)-Film im Grenzflächenbereich vom GaAs(001) leicht komprimiert werden.

In diesem Kapitel befassen wir uns hauptsächlich mit den strukturellen und magnetischen Eigenschaften von Fe-Inseln auf GaAs(001)-(4×6) und dem Einfluss unterschiedlicher Deckschichten. Das Fe-Wachstum auf GaAs(001)-(4×6) erfolgt ähnlich wie das Wachstum von Fe auf InAs(001)-(4×2). So ist bekannt, dass Fe bei RT anfänglich im Volmer-Weber-Modus aufwächst [101]. Eisen wächst bei RT zuerst in isolierten dreidimensionalen (3D) Inseln auf, bis eine kritische Eisenbedeckung  $t_{cr}$  erreicht wird, bei der die Eiseninseln perkolieren. Allerdings ist die Frage, ab welcher kritischen Fe-Schichtdicke sich langreichweitiger Ferromagnetismus (FM) einstellt und welche nicht-magnetische Phase davor vorherrscht, noch nicht geklärt. So wurde bei einer Wachstumstemperatur  $T_S = 175\text{ °C}$  des Eisenfilms auf As-terminiertem

GaAs(001)-(2×4) eine kritische Bedeckung von 6 ML [102] für das Auftreten von FM bei RT angegeben. Andererseits berichten Xu et al. [101], beruhend auf Untersuchungen mit dem magneto-optischen Kerr-Effekt (MOKE), dass es bei einer Wachstumstemperatur  $T_S = \text{RT}$  des Eisenfilms auf Ga-terminiertem GaAs(001)-(4×6) bei RT zu einem Übergang von einer „nicht magnetischen“ Eisenphase für die ersten 3.5 ML Fe zu einem Bereich mit „kurzreichweitiger“ ferromagnetischer Ordnung (Superparamagnetismus) zwischen 3.5 ML und 5 ML Fe-Bedeckung kommt, gefolgt von einer langreichweitigen ferromagnetischen Phase ab 5 ML Eisenfilmdicke. Ähnliche Werte für die kritische Eisenfilmdicke  $t_{cr}$  wurden von Bensch et al. [103] ( $t_{cr} = 3.6$  ML mit AC-MOKE-Suszeptibilitätsmessungen) und von Freeland et al. [50] ( $t_{cr} = 3.8$  ML mit MOKE-Suszeptibilitätsmessungen) bestimmt. Das Einsetzen des Ferromagnetismus oberhalb  $t_{cr}$  wurde in der Literatur unterschiedlich erklärt: Einerseits durch einen Phasenübergang von einem nicht-magnetischen (z.B. paramagnetischen) Zustand [103], und andererseits durch einen Übergang von einem superparamagnetischen [50] in den langreichweitigen ferromagnetischen Zustand. Um den Einfluss der Schutzschicht auf den Magnetismus der ultradünnen Fe-Filme auszuschließen, sind in-situ-Untersuchungen im UHV an den unbedeckten Fe-Filmen essenziell. Es gibt eine Reihe von Veröffentlichungen von in-situ-Messungen im UHV an Fe/GaAs(001). Die meisten dieser Untersuchungen wurden aber bei Raumtemperatur ([50], [104] - [110]) durchgeführt, während in-situ-Studien bei tiefen Temperaturen selten sind [111].

In diesem Kapitel werden Ergebnisse präsentiert, die mittels CEMS in-situ im UHV im Temperaturbereich von 30 K bis RT an einem unbedeckten 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Film auf GaAs(001)-(4×6) im Nullfeld gewonnen wurden. Bei 2.5 ML Fe-Bedeckung befindet sich der Fe-Film unterhalb der kritischen Dicke für Perkolation und besteht weitgehend aus isolierten 3D-Inseln. Diese temperaturabhängigen Messungen beweisen, dass der 2.5 ML dicke Fe-Film bei tiefer Temperatur ferromagnetisch ist. Es wird gezeigt, dass die Fe-Nanocluster (Inseln) dieses Films oberhalb einer bestimmten Temperatur, der Blocking-Temperatur  $T_B$ , superparamagnetisch sind, insbesondere bei RT. Des weiteren wurde mittels der CEMS-Ergebnisse ein Vergleich des Einflusses einer Pt- bzw. Au-Deckschicht auf die magnetischen Eigenschaften des Fe-Films ermöglicht. Es wurde deutlich, dass sich die magnetischen Eigenschaften bei Pt-Bedeckung gegenüber dem unbedeckten Fall drastisch ändern, was sich mit einer direkten Kopplung der magnetischen Cluster-Momente mit induzierten Pt-Momenten erklären lässt.



## 5.2 Wachstum und strukturelle Eigenschaften

Wie bereits erwähnt, ist noch nicht eindeutig klar, welchen magnetischen Zustand die Fe-Inseln besitzen, bevor sie nach Erreichen der kritischen Filmdicke  $t_{cr}$  bei RT ferromagnetisch werden. Um diesen Umstand näher zu untersuchen, sollten in-situ-Messungen erfolgen, da dadurch der Einfluss einer Deckschicht (siehe Kap. 5.4) vermieden werden kann. Zu diesem Zweck sollte eine Probe mit einer unbedeckten 2.5 ML dicken epitaktischen  $^{57}\text{Fe}$ -Schicht auf GaAs(001), bei RT aufgebracht, in-situ im UHV mit CEMS untersucht werden. Bei diesen ultradünnen Schichten und der starken Dickenabhängigkeit der physikalischen Eigenschaften in der Nähe der Perkolationsgrenze kann ein kleiner Fehler bei der Schwingquarzkalibrierung zu falschen Annahmen führen. Aus diesem Grund wurden die Schwingquarze zuvor mittels RHEED-Intensitätsoszillationen kalibriert. Dazu wurde ein Cu(001)-Einkristall in das UHV-System (beschrieben in Kapitel 2.3) eingeschleust und durch  $\text{Ar}^+$ -Sputtern solange gesäubert, bis mit AES nur noch reines Cu nachzuweisen war. Diese Reinigung dauerte eine Stunde bei einer Ionen-Energie von 5 keV, einem Ar-Partialdruck von  $p_{\text{Ar}} = 5.5 \cdot 10^{-5}$  mbar und einem Emissionsstrom von 25 mA. Anschließend wurde durch Heizen bei nominell  $T_S \sim 700$  °C die Oberfläche ausgeheilt. Um RHEED-Oszillationen zu beobachten, ist eine saubere und gut geordnete Oberfläche unabdingbar. Da nach der ersten Behandlung gemäß AES keine Oberflächen-Verunreinigungen vorhanden waren, wurde jetzt durch weitere Sputter- und Temper-Zyklen die Cu(001)-Oberfläche weiter geglättet. Dazu wurde die Ionenenergie und die Substrattemperatur langsam verringert, während die übrigen Sputtereinstellungen gleich blieben. Zuerst wurde für eine Stunde bei 400 °C mit einer Energie von 2 keV gesputtert, gefolgt von Ausheilen der Cu(001)-Probe bei 400 °C für eine weitere Stunde. Danach wurde wieder für eine Stunde bei 200 °C mit einer Energie von 0.5 keV gesputtert und anschließend bei 200 °C wieder getempert. Dadurch war es möglich, eine saubere und glatte Cu(001)-Oberfläche zu erhalten. Von Schatz und Keune [112] wurde eine ähnliche Prozedur angewandt. Danach wurde mit dem Cu(001)-Substrat bei RT bei konstanter Rate ein  $^{57}\text{Fe}$ -Film aufgedampft. Zeitgleich wurde ein RHEED-Videofilm aufgenommen, der alle 2 s ein Bild aufnimmt. Anschließend wurde die zeitliche Veränderung der Intensität der Reflexe mit dem in Kapitel 3.2 erwähnten Computerprogramm EE2000 [65] von Bild zu Bild gemessen. Dabei wurde eine Abhängigkeit der Reflexintensität von der Zeit erhalten, wie sie in Abb. 5.1 dargestellt ist.

In Abb. 5.1 sind deutlich drei Oszillationen zu sehen (Nummeriert mit 2, 3, 4). Die erste (mit 1 nummerierte) und letzte (mit 5 nummerierte) Oszillation sind zwar auch noch zu sehen, aber nicht mehr ganz so deutlich. Allerdings ist der zeitli-

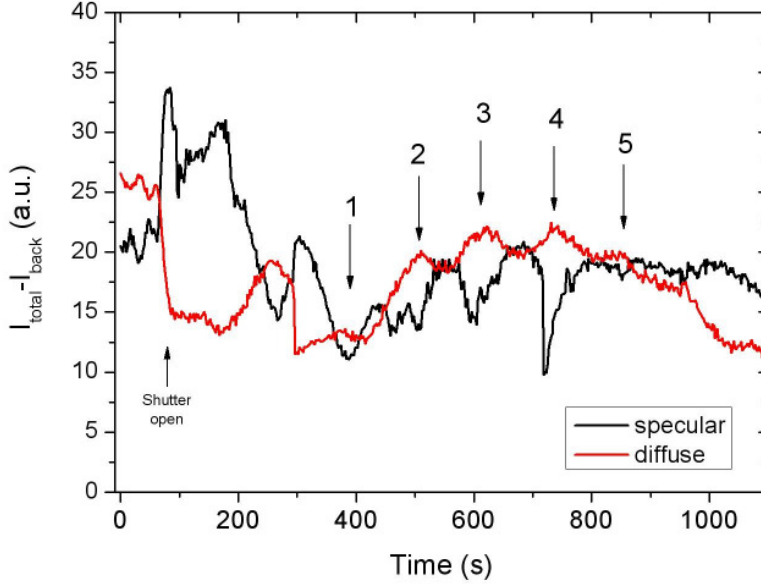


Abbildung 5.1: RHEED-Intensitätsoszillationen als Funktion der Aufdampfzeit, gemessen an epitaktischem  $\text{fcc-}^{57}\text{Fe}(001)$  auf einem  $\text{Cu}(001)$ -Einkristall bei spekularer (schwarze Kurve) und diffuser (rote Kurve) Streuung des Elektronenstrahls. Es wurden fünf Minima (schwarze Kurve) bzw. fünf Maxima (rote Kurve) in regelmäßigen Abständen beobachtet. Aufgenommen wurden die RHEED-Bilder entlang der  $[100]$ -Azimutrichtung mit  $E = 15 \text{ keV}$  und einem Emissionsstrom von  $I_A = 25 \mu\text{A}$ .

Der Abstand zwischen den Extrema immer gleich groß, und das Ergebnis wird nicht verändert, wenn man die Oszillationen 1 und 5 betrachtet oder nur die Oszillationen von 2 bis 4. Die verschiedenen Kurven entsprechen verschiedenen Ausschnitten der Reflexe. Dabei ist neben der spekularen Streuung  $[(0,0)\text{-Reflex}]$  auch die diffuse Streuung um den  $(0,0)$ -Reflex untersucht worden. Deren Intensitäten sollten nach der Theorie (siehe auch Abschnitt 2.4.2) gegenläufig sein, was auch in Abb. 5.1 beobachtet wird. Da aber die Aufdampfrate konstant gehalten wurde, lässt sich über die Zeit des Aufdampfens eine Aussage über die aufgedampfte Schichtdicke machen. Diese kann dann einfach mit der tatsächlich aufgedampften Schichtdicke, die aus den Abständen der Maxima bzw. Minima der RHEED-Oszillationen hervorgehen, verglichen und angepasst werden. Dabei ist aber zu beachten, dass das anfängliche Wachstum bei RT von Fe auf Cu(001) nicht bcc-Fe liefert, sondern fcc-Fe, was die zur Berechnung nötigen Gitterkonstanten ändert ( $a_{\text{fcc-Fe}} = 3.58 \text{ \AA}$ ,  $a_{\text{bcc-Fe}} = 2.866 \text{ \AA}$ ).

Nach der Kalibrierung der Schwingquarze, konnte nun die Fe/GaAs-Probe hergestellt werden. Zur Präparation der Probe (Probe #1) und anschließender in-situ-CEMS Untersuchung wurde wieder die in Kapitel 2.3 beschriebene UHV-Anlage benutzt, die auch die mittels der RHEED-Oszillationen kalibrierten Schwingquarze für die Messung der  $^{57}\text{Fe}$ -Aufdampftrate enthielt. Vor dem Aufdampfen des  $^{57}\text{Fe}$ -Films wurde ein von der Fa. Wafer Technology Ltd. (UK) mit der Kennzeichnung „epi-ready“ gekaufter GaAs(001)-Wafer, der nominell undotiert ist, in ca.  $12 \times 10 \text{ mm}^2$  große Stücke geschnitten. Eines dieser Stücke wurde vor dem Einschleusen in die UHV-Kammer zuerst mit Aceton, danach mit 2-Propanol, gereinigt und anschließend mit trockenem  $\text{N}_2$ -Gas abgesprüht, um Staubteilchen zu entfernen. Nach dem Einschleusen wurde die Substratoberfläche zunächst mit AES untersucht. Die AES-Spektren zeigten neben Gallium- und Arsen-Linien auch noch Sauerstoff- und Kohlenstoff-Signale. Um die saubere GaAs(001)-Oberfläche zu bekommen, ist es nötig, die Sauerstoff- und Kohlenstoffatome zu desorbieren. Dazu wurde folgendes Verfahren benutzt, welches bekannt ist, um die Ga-terminierte GaAs(001)-pseudo(4×6)-Überstruktur zu bekommen. Zuerst wurde die Probe für 30 min bei 600 °C getempert. Danach wurden keine Sauerstoff-AES-Linien auf der GaAs(001)-Oberfläche gefunden. Anschließend wurden die verbliebenen C-Verunreinigungsatome mittels  $\text{Ar}^+$ -Sputtern entfernt. Dies geschah durch  $\text{Ar}^+$ -Beschuss der GaAs-Oberfläche für 30 min bei einem Ar-Partialdruck von  $p_{\text{Ar}} = 5.5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ , einer Ionenenergie von 0.5 keV, einer Substrattemperatur von 620 °C und einem Emissionsstrom von 25 mA. Nach dieser Behandlung wies das AES-Spektrum zwar keine Kohlenstoffatome mehr nach, aber leider zeigte das RHEED-Bild aufgrund der fehlenden (4×6)-Überstruktur noch keine glatte Oberfläche an. Deshalb wurde das Sputtern/Tempern zuerst noch einmal für 10 min und dann noch einmal für 15 min wiederholt. Nach kurzem Warten, bis die Probe wieder auf RT abgekühlt und ein RHEED-Bild mit (4×6)-Überstruktur-Reflexen zu sehen war, wurde bei  $T_S \sim 40 \text{ °C}$  (nominell  $T_S = \text{RT}$ ) mit einer Rate von  $0.02 \text{ Å/s}$  ein 0.35 nm (2.5 ML) dicker  $^{57}\text{Fe}$ (001)-Film aufgebracht, so dass  $^{57}\text{Fe}(0.35 \text{ nm})/\text{GaAs}(001)$  als Probenstruktur erhalten wurde.

In Abb. 5.2 sind die mit einer Energie von  $E = 15 \text{ keV}$  und einem Emissionsstrom  $I_A = 25 \text{ μA}$  aufgenommenen RHEED Bilder entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung der sauberen GaAs(001) Oberfläche (a) und nach dem Aufdampfen von 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}$  (b) gezeigt. Bei dem RHEED-Bild der sauberen Oberfläche (a) sind die Überstrukturreflexe deutlich zu sehen und auf einem Halbkreis angeordnet. Dies deutet auf eine relativ glatte GaAs(001)-(4×6)-Oberfläche hin. Die fünf beobachteten Überstrukturreflexe sind charakteristisch für RHEED-Bilder entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung und entsprechen der „pseudo“-(4×6) Oberflächenrekonstruktion (Überlagerung ei-

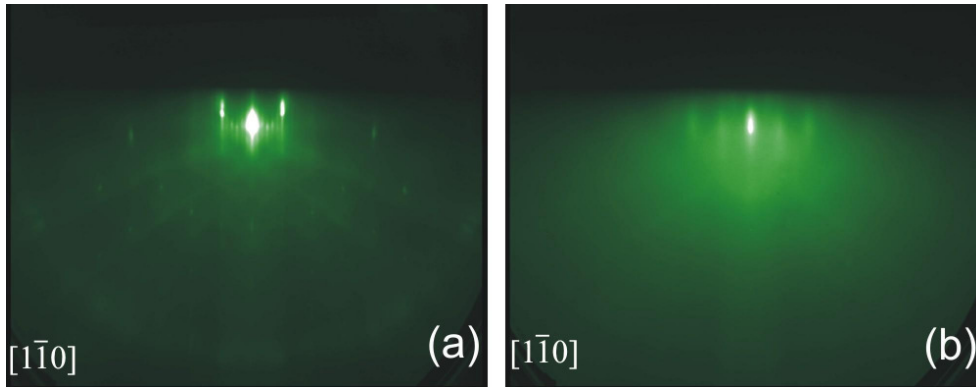


Abbildung 5.2: RHEED-Bilder der sauberen GaAs(001)-(4×6)-Oberfläche (a) und nach dem Aufdampfen eines 0.35-nm (2.5 ML) dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films (b), aufgenommen bei einer Energie von  $E = 15 \text{ keV}$  und einem Emissionsstrom von  $I_A = 25 \mu\text{A}$  entlang der  $[1\bar{1}0]$ -Azimutrichtung.

ner (4×2) und einer (2×6) Rekonstruktion). Leider war es nicht möglich, auch die andere Azimutrichtung  $[110]$  zu wählen, da der spätere geplante Einbau der Probe in den Probenhalter für das in-situ-CEMS-Experiment die Lage der Probe auf dem Probenhalter festlegte. Beim RHEED-Bild des 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films sind die Überstrukturereflexe der GaAs(001)-(4×6)-Oberfläche schon verschwunden und nur noch die fundamentalen Reflexe schwach zu sehen (siehe Abb. 5.2 (b)). Dies deutet auf eine Inselstruktur des  $^{57}\text{Fe}$ -Films hin. Es sind auch noch keine Reflexe des bcc-Fe zu beobachten. Dies ist aber auch erwartet worden, da frühere Untersuchungen gezeigt haben, dass bcc-Fe Reflexe bis zu einer Bedeckung von 3.1 ML noch nicht auftauchen [113].

Nach dem Aufdampfen wurde die Probe, ohne das UHV zu unterbrechen, mit Hilfe eines UHV-Manipulators und „wobble sticks“ auf dem in-situ-CEMS-Messplatz eingebaut und anschließend mittels CEMS untersucht.

### 5.3 Magnetische Eigenschaften unbedeckter Fe-Nanocluster im UHV

#### (a) CEMS: Experimentelles

Nachdem die Probe #1 im UHV an den in-situ-CEMS-Messplatz gebracht worden war, wurden bei verschiedenen Temperaturen CEMS-Spektren aufgenommen. Die Probe war dabei auf dem Kühlfinger eines UHV-Durchfluss-Kryostaten befestigt. Die Reihenfolge der Messtemperaturen ist nicht chronologisch, da immer wieder noch Zwischenpunkte als interessant erschienen und dann auch gemessen wurden.

Die genaue Reihenfolge ist die folgende: Das erste Spektrum wurde bei  $T = \text{RT}$  aufgenommen, gefolgt von den Messtemperaturen  $T = 40, 60, 120, 180, 150, 90, 240$  und  $165 \text{ K}$ ; die letzte Messung erfolgte bei  $30 \text{ K}$ . Der Messplatz kann sowohl mit flüssigem He gekühlt als auch mit einer elektrischen Widerstandsheizung erwärmt werden. Dadurch war es möglich, die Temperatur während einer Messung mit einem PDI-Regler konstant zu halten. Darüber hinaus wurde mittels eines Komparators die gewünschte Messtemperatur mit der aktuellen Temperatur verglichen, und falls die Temperatur um mehr als  $\pm 2 \text{ K}$  abgewichen war, wurde für diese Zeit die Messung ausgesetzt. Gewöhnlich waren die Schwankungen um die gewünschte Solltemperatur  $< \pm 1 \text{ K}$ ; nur wenn die He-Kanne zu Ende ging stieg die Temperatur an und lief aus dem Bereich  $\pm 1 \text{ K}$  heraus. Aufgrund der geringen Materialmenge von  $^{57}\text{Fe}$ , der relativ großen Entfernung von der Mössbauer-Quelle bis zur Probe und wegen des kleinen Raumwinkels des Channeltrons, das im UHV als Detektor diente, war es notwendig, eine starke  $^{57}\text{Co}$ -Quelle (hier  $\sim 90 \text{ mCi}$ )(Rh-Matrix) zu benutzen, damit die Messzeit für ein Spektrum in einem erträglichen Rahmen blieb. Die Messzeit der Spektren war unterschiedlich und ging von vier Tagen bei RT bis hin zu drei Wochen bei tiefer Temperatur.

### (b) Ergebnisse und Diskussion

In Abb. 5.3 sind die bei verschiedenen Temperaturen gemessenen CEM-Spektren von  $2.5 \text{ ML } ^{57}\text{Fe}$  auf  $\text{GaAs}(001)(4 \times 6)$  (Probe #1) gezeigt. Bei tiefer Temperatur ist deutlich eine magnetische Hyperfeinaufspaltung zu beobachten, während bei RT ein unmagnetisches quadrupol-aufgespaltenes Dublett vorliegt. Alle CEM-Spektren mit magnetischer Hyperfeinfeldaufspaltung ( $T \leq 150 \text{ K}$ ) wurden mit einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  angepasst; dabei wurde unter der Annahme, dass die magnetischen Eisenmomente in der Ebene liegen, das Intensitätsverhältnis  $\frac{I_{2(5)}}{I_{3(4)}}$  der Linien 2(5) und 3(4) mit dem Wert 4.0 ( $\langle \theta \rangle = 90^\circ$ ) festgehalten. Ebenfalls wurde die elektrische Quadrupol-Kernniveauverschiebung  $2\epsilon$  mit dem Wert  $0.0 \text{ m/s}$  festgehalten. Die übrigen CEM Spektren ( $T \geq 165 \text{ K}$ ) wurden mit einem leicht asymmetrischen elektrischen Quadrupol-Dublett angepasst. Alle in Abb. 5.3 gezeigten Spektren wurden in-situ im UHV direkt nach der Herstellung der Probe gemessenen. Auch bei RT besteht das CEM-Spektrum aus einem Quadrupol-Dublett und, wie später gezeigt wird, sind die Fe-Nanocluster superparamagnetisch. Mit sinkender Messtemperatur wird die elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  geringfügig größer: Sie nimmt von  $0.63(2) \text{ mm/s}$  bei RT auf  $0.68(3)$ ,  $0.72(2)$  und  $0.73(2) \text{ mm/s}$  bei  $240 \text{ K}$ ,  $180 \text{ K}$  bzw.  $165 \text{ K}$  zu. Bei  $T \approx 150 \text{ K}$  und darunter wird das CEM-Spektrum abrupt schnell breiter. Dies ist Folge plötzlich einsetzender magnetischer Hyperfein-Wechselwirkung unterhalb von ca.  $150 \text{ K}$ . Dies ist ein erster Hinweis dar-

auf, dass die Fe-Nanocluster superparamagnetisch sind und es sich hier um einen

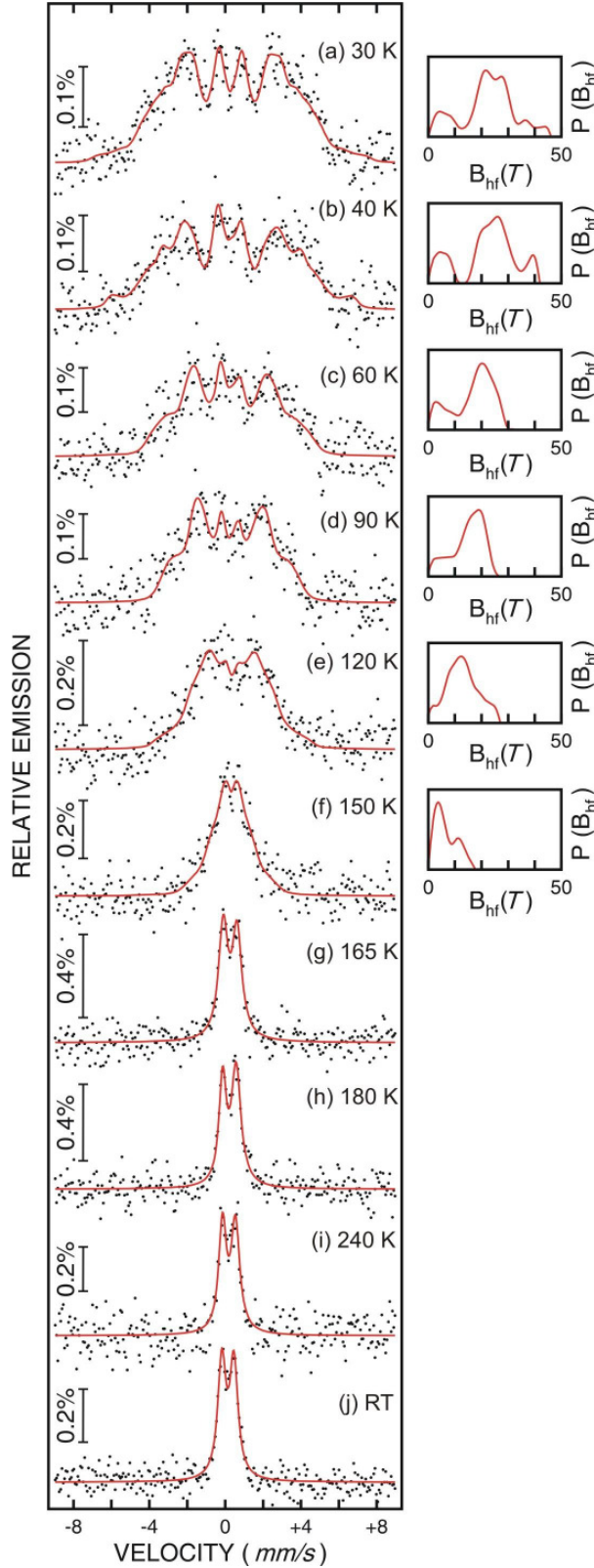


Abbildung 5.3: CEM-Spektren (links) und magnetische Hyperfeinfeldverteilungen  $P(B_{hf})$  (rechts) eines nicht zusammenhängenden Films mit einer Bedeckung von 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}(001)$  auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6). Die Spektren wurden ohne äusseres Magnetfeld und in-situ im UHV direkt nach der Herstellung bei Messtemperaturen von (a) 30 K, (b) 40 K, (c) 60 K, (d) 90 K, (e) 120 K, (f) 150 K, (g) 165 K, (h) 180 K, (i) 240 K und (j) RT aufgenommen. Bei  $T \geq 165$  K wurden die Spektren mit einem Quadrupol-Dublett angepasst (superparamagnetischer Zustand).

dynamischen Übergang vom ungeblockten ( $T \geq 165$  K) zum geblockten ( $T \leq 150$  K) Zustand handeln könnte. Sollte nämlich die thermische Fluktuation der Magnetisierung der einzelnen superparamagnetischen Fe-Nanocluster schneller sein als die charakteristische Messzeit des Mössbauer-Effektes (welche gleich der Larmorpräzessionsperiode eines  $^{57}\text{Fe}$ -Kernspins von  $\sim 10^{-8}$  s ist), dann wird mit dem Mössbauereffekt kein magnetisches Hyperfeinfeld gemessen, weil es sich zeitlich wegmittelt („motional narrowing“). Es kann dann ohne äußeres Magnetfeld mössbauerspektroskopisch keine lokale Magnetisierung der Fe-Nanocluster gemessen werden. Der Übergang vom ungeblockten Zustand in den geblockten erscheint allerdings aufgrund der Partikel-Größenverteilung etwas verschmiert. Die Anpassung der Spektren im T-Bereich kurz unterhalb der Blocking-Temperatur ( $T_B \sim 165$  K) ist schwierig, da die magnetische und die elektrische Hyperfeinwechselwirkung von gleicher Größenordnung sind. Die angepasste  $P(B_{hf})$ -Verteilung bei 150 K ist daher nur eine grobe Näherung. Um diese CEM-Spektren auch mit den bei höherer Temperatur ( $T \geq 165$  K) gemessenen vergleichen zu können, wurden auch letztere mit einer „fiktiven“ magnetischen Hyperfeinfeldverteilung angepasst. Dabei haben sich für die gemessenen CEM-Spektren bei den Messtemperaturen ( $T = 165, 180, 240$  und  $300$  K) die „fiktiven“ mittleren magnetischen Hyperfeinfelder  $\langle B_{hf} \rangle = 3.7, 3.6, 3.3$  und  $3.2$  T ergeben. Für die RMS-Breite der Verteilung ergaben sich die Werte  $\text{RMS-}B_{hf} = 3.3, 3.2, 3.0$  und  $2.9$  T bei Messtemperaturen von  $T = 165, 180, 240$  und  $300$  K. Bei tiefen Temperaturen ist die magnetische Hyperfeinwechselwirkung stärker als die elektrische Quadrupolwechselwirkung und die  $P(B_{hf})$ -Verteilung ist physikalisch sinnvoll.

Die spektralen Mössbauerparameter, die mit der Anpassung der Spektren in Abb. 5.3 gewonnen wurden, sind in Tabelle 5.1 aufgeführt. Dort sind das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$ , die Isomerieverschiebung  $\delta$  (relativ zu bulk  $\alpha$ -Fe bei RT), das  $\text{RMS-}B_{hf}$  (engl.: root-mean-square) der  $P(B_{hf})$ -Verteilung, die Lorentzlinienbreite  $\Gamma$  (FWHM) der Lorentzlinien, die elektr. Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  und das spektrale Flächenverhältnis  $A_{21}$  der zweiten und der ersten Linie des Quadrupol-Dubletts angegeben.

Bei RT ist die Isomerieverschiebung  $\delta = 0.25(1)$  mm/s des Dubletts relativ zu bcc bulk-Fe bei RT deutlich positiv; dies deutet auf eine Abnahme der s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kern hin, welche sowohl durch As- bzw. Ga-Atome in der lokalen Nachbarschaft der  $^{57}\text{Fe}$ -Atome hervorgerufen sein kann, aber auch durch einen vergrößerten Gitterabstand des Fe-Films aufgrund der Fehlanpassung mit dem GaAs-Substrat [114]. Die  $\delta$ -Werte liegen alle innerhalb ihres statistischen Fehlers im Bereich zwischen  $0.25(1)$  mm/s bei RT und  $0.38(6)$  mm/s bei 30 K. Dabei ist zu beachten, dass durch den quadratischen Dopplereffekt bei einem Absenken der Temperatur

Tabelle 5.1: Die aus den CEM-Spektren der Abb. 5.3 ermittelten spektralen Mössbauerparameter für den bei verschiedenen Temperaturen in-situ im UHV gemessenen (unabgedeckten) 2.5 ML-dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Film, der bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6) aufgedampft wurde. Die Anpassung erfolgte mit der Methode der Kleinsten-Fehlerquadrate. CEM-Spektren, die eine magnetische Hyperfeinfeldaufspaltung aufweisen ( $T \leq 150\text{ K}$ ), wurden mit einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  angepasst (a), die übrigen ( $T \geq 165\text{ K}$ ) mit einem Quadrupol-Dublett (b). Angegeben sind das mittlere magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$ , die mittlere Isomerieverschiebung  $\delta$  (relativ zu bulk  $\alpha$ -Fe bei RT), die normierte totale spektrale Fläche, das RMS- $B_{hf}$  (engl.: root-mean-square)(= Breite der  $P(B_{hf})$ -Verteilung), die Lorentzlinienbreite  $\Gamma$  (FWHM) der Lorentzlinien, die elektr. Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$ , die elektrische Quadrupol-Kernniveaueverschiebung  $2\epsilon$  und das spektrale Linien-Intensitätsverhältnis  $A_{21}$  der zweiten und der ersten Linie des Quadrupol-Dubletts. \*wurde während der Anpassung festgehalten.

(a)	Mess- temperaturen	$\langle B_{hf} \rangle$	$\delta$	totale spektrale Fläche	RMS- $B_{hf}$	$2\epsilon^*$
	(K)	(T)	(mm/s)	(mm/s)	(T)	(mm/s)
	30 K	22.4(4)	0.38(6)	0.0146	20.1	0.0*
	40 K	22.3(5)	0.35(6)	0.0123	19.7	0.0*
	60 K	16.9(4)	0.34(8)	0.0120	15.2	0.0*
	90 K	15.0(3)	0.33(10)	0.0117	13.8	0.0*
	120 K	12.8(4)	0.46(7)	0.0115	11.3	0.0*
	150 K	6.8(3)	0.42(4)	0.0106	5.4	0.0*
(b)	Mess- temperaturen	$\Gamma$	$\delta$	totale spektrale Fläche	$\Delta E_Q$	$A_{21}$
	(K)	(mm/s)	(mm/s)	(mm/s)	(mm/s)	
	165 K	0.60(6)	0.37(2)	0.0100	0.73(2)	0.97(2)
	180 K	0.46(6)	0.33(2)	0.0099	0.71(2)	1.49(33)
	240 K	0.49(8)	0.31(2)	0.0080	0.68(3)	1.15(62)
	RT	0.52(3)	0.25(1)	0.0072	0.63(2)	0.98(7)

des Mössbauerabsorbers eine Verschiebung von  $\delta$  zu positiven Werten hin stattfindet.

Die elektrische Quadrupolaufspaltung ist bei RT mit  $\Delta E_Q = 0.63(2)$  mm/s relativ groß und steigt mit sinkender Temperatur bis hin zu  $0.73(2)$  mm/s bei 165 K.



Eine derartige Zunahme von  $\Delta E_Q$  bei T-Erniedrigung ist für Metalle normal. Allerdings ändert sich der  $\Delta E_Q$ -Wert, sobald eine Deckschicht aufgebracht wird, was in Kapitel 5.4 ausführlicher dargelegt wird.

Wie schon erwähnt wurden zum Vergleich alle CEM-Spektren mit einer magnetischen Hyperfeinfeldverteilung angepasst. Dabei ergaben sich bei den Messtemperaturen  $T \geq 165$  K jeweils ein fiktives mittleres magnetisches Hyperfeinfeld und eine RMS-Breite der  $P(B_{hf})$ -Verteilung. Bei RT ergab sich ein fiktives mittleres magnetisches Hyperfeinfeld von 3.2 T. Dieser Wert wurde von den übrigen mittleren magnetischen Hyperfeinfeldern abgezogen; das Resultat wird im folgenden „korrigiertes“ mittleres magnetische Hyperfeinfeld genannt. Das gleiche wurde mit der RMS-Breite der  $P(B_{hf})$ -Verteilung durchgeführt, wobei sich bei RT ein Wert von 2.9 T ergab. Es fällt auf, dass bei Temperaturen  $T \leq 150$  K die korrigierte magnetische Hyperfeinaufspaltung mit sinkender Temperatur immer grösser wird. So ist das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  bei  $T = 150$  K noch 3.6(3) T und steigt dann nahezu linear auf 19.2(4) T für die Messtemperatur von  $T = 30$  K an. (Abb. 5.4 (a), rote Dreiecke). Ein ähnlicher Verlauf ist in Abb. 5.4 (b) bei der RMS-Breite  $P(B_{hf})$ -Verteilung zu beobachten (rote Kreise). Zum Vergleich ist in Abb. 5.4 (a) mit blauen Quadraten das mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  eines ebenfalls 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Films auf GaAs(001)-(4×6) zu sehen, jedoch mit Pt abgedeckt. Diese Messwerte stammen von E. Schuster (Dissertation E. Schuster [113]). Zur besseren Verdeutlichung des linearen Verlaufs der „freien“  $^{57}\text{Fe}$ -Cluster wurde die Ausgleichsgerade (schwarz) eingezeichnet. Ebenfalls wurde eine Kurve mit dem Potenzgesetz der Form  $B_{hf}(T) = B_{hf}(0)(1-T/T_C)^\beta$  und den Werten  $T_C = 160$  K,  $\beta = 0.5$  und  $B_{hf}(0) = 18$  T (grün), wie es für einen magnetischen 2D- oder 3D-Phasenübergang möglich ist, eingezeichnet. Mit dieser Kurve ist es nicht möglich, die Messpunkte bei 30 und 40 K gut zu beschreiben, dafür wären  $\beta$ -Werte größer als 0.5 nötig, die aber physikalisch nicht sinnvoll sind. Anders war dies bei den Pt-abgedeckten  $^{57}\text{Fe}$ -Clustern, dort war dies durchaus möglich [113], wie es in Abb. 5.4 (a) (blaue Quadrate) zu sehen ist. Letztere Werte wurden angepasst mit den Werten  $T_C = 280$  K und  $\beta = 0.26$ . Deshalb ist der quasi-lineare Verlauf bei den „freien“  $^{57}\text{Fe}$ -Clustern in Abb. 5.4 (a) schon ein deutlicher Hinweis dafür, dass sich die freien Fe-Nanocluster auf GaAs(001) superparamagnetisch verhalten. Deshalb wird auch der Begriff Blocking-Temperatur ( $T_B$ ) benutzt und nicht kritische Temperatur ( $T_C$ ). Aus dem Graphen in Abb. 5.4 ergibt sich eine Blocking-Temperatur von  $T_B = 165(5)$  K. Dabei bezeichnen wir als Blocking-Temperatur diejenige Temperatur, bei der die superparamagnetischen Fe-Nanocluster beim Abkühlen aus dem ungeblockten Zustand in den geblockten Zustand übergehen. Dies geschieht, sobald mit CEMS beim Kühlen eine magnetische Hyperfeinfeldaufspaltung gemessen wird,

sobald also  $\langle B_{hf} \rangle$  von Null zu endlichen Werten geht (Pfeil in Abb. 5.4). Das Re-

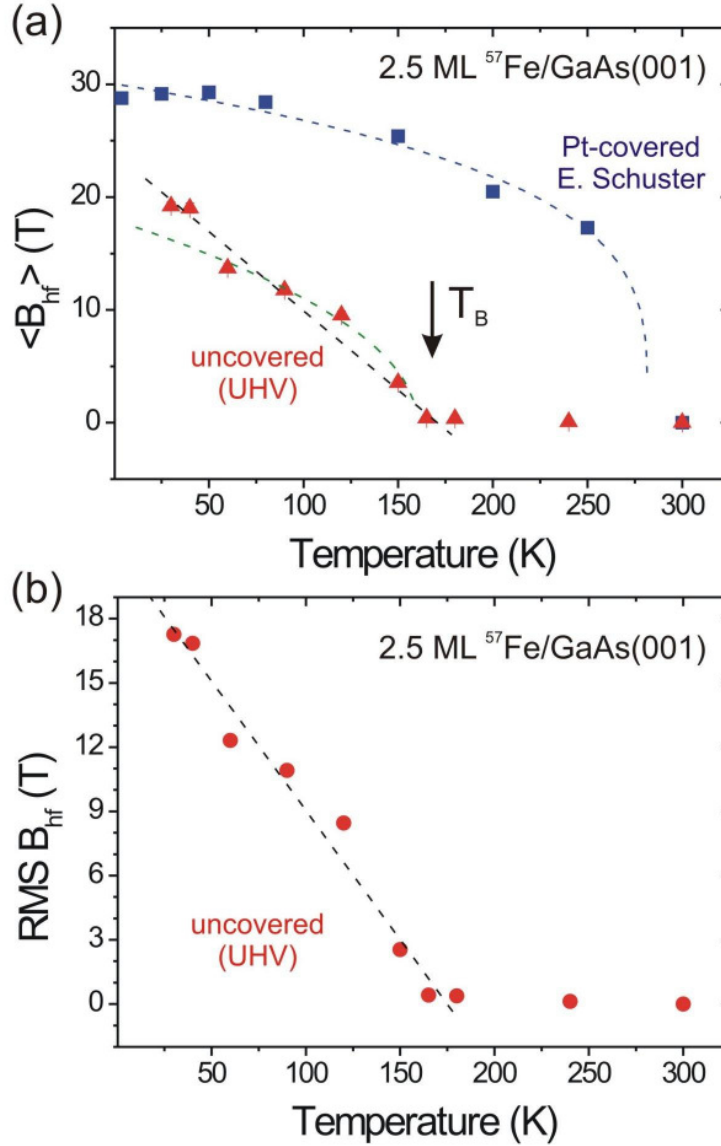


Abbildung 5.4: (a) Temperaturabhängigkeit des korrigierten mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{hf} \rangle$  eines unbedeckten, in-situ im UHV gemessenen (rote Dreiecke) und eines mit Pt-abgedeckten (blaue Quadrate) 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6). In (b) ist die gemessene RMS-Breite der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  (rote Kreise) des unbedeckten 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6) gezeigt. Für die Messpunkte des unbedeckten  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Films ist die Ausgleichsgerade (schwarz) und eine Kurve mit der Funktion  $\langle B_{hf} \rangle(T) = \langle B_{hf} \rangle(0)(1 - T/T_C)^\beta$  mit  $T_C = 160$  K und  $\beta = 0.25$  (grün) eingezeichnet. Die blaue Linie ist eine Anpassung an die Messpunkte der Pt-abgedeckten Probe mit  $T_C = 280$  K und  $\beta = 0.26$ , die von E. Schuster [113] stammen. Die Blocking-Temperatur  $T_B$  ist durch einen Pfeil markiert.

sultat der Abb. 5.4 widerlegt eindeutig die Aussage von Bensch et al. [103], dass Fe-Cluster auf GaAs(001) bei einer Filmbedeckung von 2.5 ML unterhalb der Perkolationsdicke und extrapoliert auf  $T = 0$  K paramagnetisch oder diamagnetisch sind. Sie sind eindeutig magnetisch geordnet unterhalb von  $T_B$ .

Nachdem die in-situ-CEMS-Messung beendet war, wurde auf den 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Film (Probe #1) eine 0.4 nm dicke Pt-Deckschicht in-situ aufgedampft. Dazu wurde 0.4 nm Pt bei  $T_S = \text{RT}$  ( $\sim 40^\circ\text{C}$ ) bei einem Druck  $p = 9.8 \cdot 10^{-8}$  mbar und einer Rate von  $0.02 \text{ \AA/s}$  aufgedampft (Reinheit des Pt  $< 99.9 \text{ at.\%}$ ). Mit dieser Deckschicht war es möglich, an dieser Probe ex-situ CEMS-Messungen bei RT in einem externen Magnetfeld durchzuführen, um die Existenz superparamagnetischer Fe-Cluster oder thermisch fluktuierender Fe-Spincluster festzustellen. In der UHV-Anlage war dies in-situ nicht möglich. Durch ein äusseres Magnetfeld können die magnetischen Fe-Cluster-Momente und damit die Hyperfeinfelder der  $^{57}\text{Fe}$ -Kerne eingefroren werden und es sollte sich im Falle von Superparamagnetismus prinzipiell eine magnetische Hyperfeinfeldaufspaltung messen lassen [115, 116] („induziertes Hyperfeinfeld“). Sollten die Fe-Nanocluster bei RT hingegen paramagnetisch sein, würde die gemessene magnetische Hyperfeinfeldaufspaltung ungefähr die gleiche Größe haben wie das externe Feld. Über den Einfluss von verschiedenen Schutzschichten (hier Pt und Au) auf die Eigenschaften der Fe-Nanocluster und das Verhalten im äußeren magnetischen Feld wird in den Abschnitten 5.4.2 und 5.4.3 berichtet.

### (c) Magnetische Anisotropieenergie

Aus der gemessenen Blocking-Temperatur von  $T_B = (165 \pm 5) \text{ K}$  lässt sich die magnetische Anisotropieenergie der unbedeckten Fe-Nanocluster auf GaAs(001) bestimmen. Bekanntlich lässt sich die superparamagnetische Relaxation der Magnetisierung in der Näherung nicht-wechselwirkender magnetischer Eindomänen-Teilchen im Nullfeld durch die Relaxationszeit  $\tau$  beschreiben [117]:

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{CV}{k_B T}} \quad , \quad (5.1)$$

(mit  $k_B = \text{Boltzmann-Konstante}$ ,  $\frac{1}{\tau_0} = \text{Versuchsfrequenz}$ ,  $C = \text{magnetische Anisotropie-Konstante}$ ,  $V = \text{Teilchenvolumen}$  und  $T = \text{Temperatur}$ ).  $W = C \cdot V$  ist die magnetische Anisotropieenergie (Energiebarriere für das Umklappen der Teilchenmagnetisierung von einer leichten Magnetisierungsrichtung in die andere leichte Richtung). Die gemessene Blocking-Temperatur  $T_B$  hängt ab vom charakteristischen Zeitfenster  $\tau_m$  des Messverfahrens. Für  $\tau \ll \tau_m$  verhält sich das System superparamagnetisch, während es für  $\tau \gg \tau_m$  im blockierten (eingefrorenen) Zustand ist.  $T_B$  ist definiert durch  $\tau = \tau_m$ . Die magnetische Anisotropieenergie  $W = C \cdot V$  kann

dann mit Hilfe der folgenden Formel bestimmt werden:

$$C \cdot V = k_B \cdot T_B \left[ \ln \left( \frac{\tau_m}{\tau_0} \right) \right] \quad (5.2)$$

Die charakteristische Mössbauer-Beobachtungszeit ist  $\tau_m \sim 10^{-8}$  s (Larmor-Präzessionszeit des  $^{57}\text{Fe}$ -Kernspins).  $\tau_0$  ist von der Größenordnung  $10^{-11}$  s [118]. Mit der gemessenen Blocking-Temperatur  $T_B = 165$  K erhält man aus Gl. 5.2 einen Wert  $C \cdot V = 15.7 \cdot 10^{-14}$  erg oder 98 meV bei 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}$ -Bedeckung. Dieser Wert für  $^{57}\text{Fe}/\text{GaAs}(001)$  ist von derselben Größenordnung wie die Anisotropieenergie von in  $\text{SiO}_2$  eingebetteten Fe-Nanopartikel mit 2.5 nm mittlerem Durchmesser, nämlich  $C \cdot V = 8.2 \cdot 10^{-14}$  erg [119].

Benutzt man noch das mittels STM bestimmte mittlere Fe-Clustervolumen  $V = 20.03 \text{ nm}^3$  von Fe/GaAs(001) bei 2.5 ML Fe-Bedeckung [120], so erhält man einen sehr großen Wert für die magnetische Anisotropiekonstante  $C \approx 7.8 \cdot 10^5 \frac{\text{J}}{\text{m}^3}$  für „freie“ (unbedeckte) Fe-Nanocluster bei 2.5 ML Bedeckung auf GaAs(001)-(4×6).

In der Literatur findet man nur eine einzige Arbeit über unbedeckte („freie“) ultradünne Fe(001)-Filme auf GaAs(001)-(4×6) im UHV bei tiefer Temperatur [111]. Zakeri et al. [111] untersuchten Fe/GaAs(001)-(4×6)-Filme in-situ mittels ferromagnetischer Resonanz (FMR) im Temperaturbereich zwischen 40 und 400 K bei Fe-Bedeckungen von 5 - 20 ML. Aufgrund experimenteller Einschränkungen konnte dort nur die senkrechte Komponente der effektiven Anisotropiekonstanten ( $k_{2\perp}$ ) gemessen werden. Für die dünnsten Fe-Bedeckungen von 5 ML Fe lässt sich aus dem Fenster in Fig.4 der Ref. [111] ein Wert für die Anisotropiekonstante bei 40 K von  $K_{2\perp}^{\text{eff}} \approx 16 \cdot 10^5 \frac{\text{J}}{\text{m}^3}$  abschätzen. Dieser mittels FMR bestimmte Wert ist von derselben Größenordnung wie der hier mittels CEMS abgeschätzte Wert  $C \approx 7.8 \cdot 10^5 \frac{\text{J}}{\text{m}^3}$ . Offenbar ist die magnetische Anisotropie dieser Fe-Nanocluster auf GaAs(001)-(4×6) bei tiefer Temperatur sehr groß.

## 5.4 Einfluss einer Pt- oder Au-Deckschicht

### 5.4.1 Substrat Präparation

Um den Einfluss von Pt- und Au-Deckschichten auf die Eigenschaften der Fe-Nanocluster auf GaAs(001) zu untersuchen, wurde eine zweite  $^{57}\text{Fe}(2.5 \text{ ML})/\text{GaAs}(001)$ -Probe (Probe #2) wie folgt hergestellt. Es wurde wieder das in Kapitel 2.3 beschriebene UHV-System benutzt, wobei keine Änderung an dem mittels RHEED-Oszillationen kalibrierten Schwingquarz vorgenommen wurden. Es wurde wieder ein

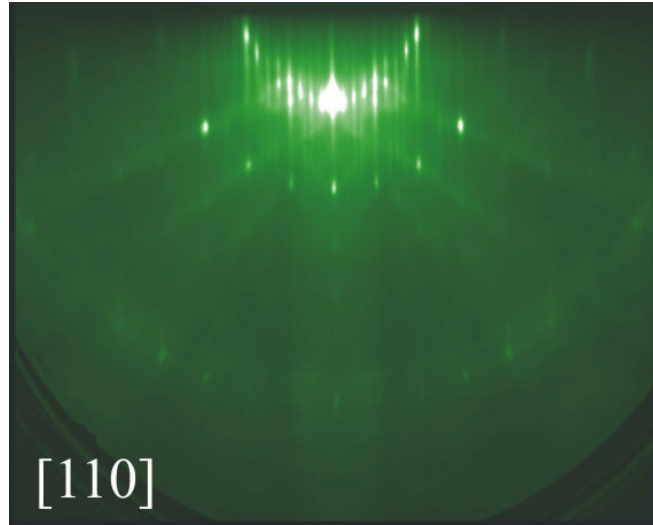


Abbildung 5.5: RHEED-Bild der sauberen GaAs(001)-(4×6)-Oberfläche, aufgenommen vor dem Aufdampfen von 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}$  (Probe #2), bei einer Energie von  $E = 15 \text{ keV}$  und einem Emissionsstrom von  $I_A = 25 \mu\text{A}$  entlang der [110]-Azimutrichtung.

Stück GaAs(001) aus einem Wafer der Fa. Wafer Technology Ltd. (UK) mit der Kennzeichnung „epi-ready“, der nominell undotiert ist, in ein ca.  $10 \times 12 \text{ mm}^2$  großes Stück geschnitten. Dieses wurde vor dem Einschleusen zuerst mit Aceton, danach mit 2-Propanol, gereinigt und anschließend mit gasförmigen  $\text{N}_2$  abgesprüht. Dann wurde die Oberfläche wieder im UHV gereinigt, indem Sie zunächst für 30 min bei  $600^\circ\text{C}$  geheizt wurde. Mit AES war danach kein O-Peak mehr festzustellen. Anschließend wurde für 40 min die Oberfläche bei einem Ar-Partialdruck von  $p_{\text{Ar}} = 5.5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ , einer Substrattemperatur von  $\sim 620^\circ\text{C}$  und einem Emissionsstrom von 25 mA gesputtert. Nach dieser Behandlung wies zwar das AES-Spektrum keine Kohlenstoffsignale mehr auf, aber das RHEED-Bild zeigte noch keine glatte Oberfläche an. Deshalb wurde das Sputtern für 15 min wiederholt. Nach kurzem Warten, bis die Probe wieder auf RT abgekühlt war und ein deutliches RHEED-Bild zu sehen war, wurde bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  (nominell  $T_S = \text{RT}$ ) mit einer Rate von  $0.02 \text{ \AA/s}$  ein 0.35 nm (2.5 ML) dicker  $^{57}\text{Fe}$ -Film aufgebracht, so dass wieder die Probenstruktur  $^{57}\text{Fe}(0.35 \text{ nm})/\text{GaAs}(001)$  erhalten wurde, die äquivalent zu der vorherigen (in Abschnitt 5.2 und 5.3 beschriebenen) Probe #1 ist.

In Abb. 5.5 ist das mit einer Energie von  $E = 15 \text{ keV}$  und einem Emissionsstrom  $I_A = 25 \mu\text{A}$  entlang der [110]-Azimutrichtung aufgenommene RHEED-Bild der sauberen GaAs(001)-Oberfläche zu sehen. Dies dient noch einmal zur Bestätigung, dass die (4×6)-Überstruktur mit dieser Prozedur zur Probensäuberung erreicht wurde. Wie auch bei dem RHEED-Bild der sauberen Oberfläche in Abb. 5.2 (a) sind die

Überstrukturreflexe deutlich zu sehen und auf einem Halbkreis angeordnet. Dies deutet auf eine atomar glatte Oberfläche hin. Die beobachteten drei Überstrukturreflexe zwischen den fundamentalen Streaks sind charakteristisch für RHEED-Bilder entlang der  $[110]$ -Azimutrichtung mit  $(4 \times 6)$ -Oberflächenrekonstruktion. Auch hier war eine Kontrolle der anderen Azimutrichtung  $[1\bar{1}0]$  nicht möglich, weil die Probe nicht weit genug gedreht werden konnte. Daher wurde jetzt das Probenstück im Vergleich zur ersten Probe #1 (Abschnitt 5.2) um  $90^\circ$ -gedreht eingebaut. Aber da beide Proben mit einer sehr ähnlichen Methode gesäubert wurden, ist davon auszugehen, dass es sich in beiden Fällen um die bekannte GaAs(001)-pseudo $(4 \times 6)$ -Oberflächenrekonstruktion gehandelt hat. Nach dem Aufwachsen von 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}$  bei  $\sim 40^\circ\text{C}$  wurde an Probe #2 ebenfalls eine in-situ-CEMS-Messung bei RT im UHV durchgeführt. Im Anschluss an diese in-situ-CEMS-Messung wurde eine Deckschicht von 0.3 nm Au mit einer Rate von  $0.03 \text{ \AA/s}$  bei einem Druck von  $p = 8.4 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$  auf die  $^{57}\text{Fe}$ (2.5 ML)-Schicht aufgedampft. Das Ziel war, den Einfluss der Au-Deckschicht auf die Hyperfein-Parameter zu bestimmen und mit denjenigen der Pt-bedeckten Probe (siehe Ende des Abschnitts 5.3 (b)) zu vergleichen.

#### 5.4.2 In-situ- und Ex-situ-CEMS-Messung

Direkt nach dem Aufdampfen der 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Schicht bei der zweiten  $^{57}\text{Fe}$ /GaAs(001)-Probe (Probe #2) wurde daran eine in-situ-CEMS-Messung bei RT im UHV durchgeführt und mit dem früheren in-situ-CEM-Spektrum der Probe #1 im UHV (Abschnitt 5.3) verglichen. Die beiden CEM-Spektren sind zum Vergleich in Abb. 5.6 gezeigt. Beide Spektren wurden mit einem leicht asymmetrischen Quadrupol-Dublett angepasst. Wie erwartet sind die Spektren sehr ähnlich. Zur Verdeutlichung sind die spektralen Mössbauer-Parameter, die aus der Anpassungen erhalten wurden, in Tabelle 5.2 (ohne Pt- bzw. Au-cap) zusammengestellt.

Alle spektralen Mössbauer-Parameter der beiden Proben #1 und #2 sind im Rahmen des statistischen Fehlers gleich groß. Dieses Ergebnis beweist die gute Reproduzierbarkeit der Probeneigenschaften. Die elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  ist mit 0.63(2) (Probe #1) bzw. 0.68(3) mm/s (Probe #2) für Metalle relativ groß. Ähnliche hohe  $\Delta E_Q$ -Werte wurden auch in 1.9- und 2.2 ML dicken unbedeckten  $^{57}\text{Fe}$ -Filmen auf GaAs(001)- $(4 \times 6)$  im UHV beobachtet [120]. Durch das Auftreten der elektrischen Quadrupolaufspaltung wird klar, dass sich die  $^{57}\text{Fe}$ -Atome der unbedeckten  $^{57}\text{Fe}$ -Filme nicht in einer für bcc bulk-Fe typischen kubischen Umgebung befinden. Da das Linienintensitätsverhältnis  $A_{21}$  der beiden Dublett-Linien im Rahmen des statistischen Fehlers nahezu Eins ist, liegt hier bei den freien Fe-Nanoclustern wohl keine bevorzugte Richtung des elektrischen Feldgradienten vor,

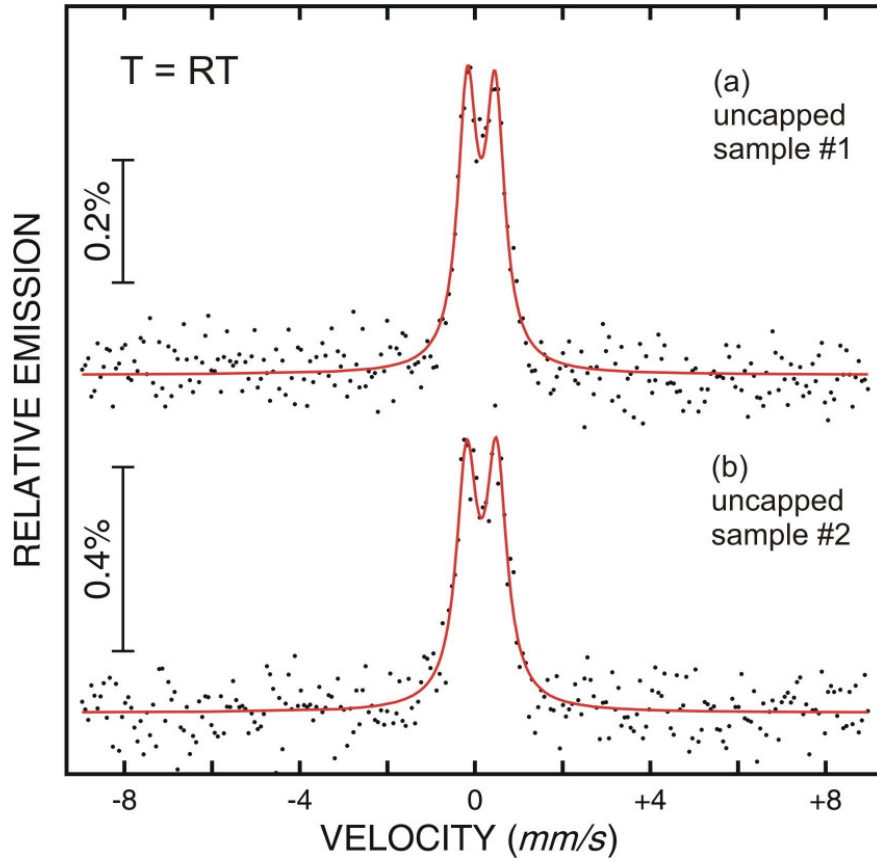


Abbildung 5.6: Bei RT *in-situ* im UHV gemessene CEM-Spektren der beiden unbedeckten 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}/\text{GaAs}(001)-(4\times 6)$ -Proben (oben Probe #1: Abschnitt 5.2/5.3, unten Probe #2: Abschnitt 5.4). Die ähnlichen Spektren weisen auf die gute Reproduzierbarkeit der Probenherstellung hin. Probe #1 (a) wurde später mit 0.4 nm Pt und Probe #2 (b) wurde später mit 0.3 nm Au bedeckt.

oder sie liegt beim „magischen Winkel“ von ca.  $54^\circ$ . Die leichte positive Isomerieverschiebung von 0.25(1) bzw. 0.26(1) mm/s (rel. zu bcc bulk-Fe bei RT) deutet auf eine Abnahme der s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kernort (relativ zu bcc bulk-Fe) hin, was die in Kapitel 5.3 (b) bereits diskutierten Gründe haben kann.

Um einen zuverlässigeren Vergleich zu haben, wie sich die Pt- bzw. Au-Deckschicht auf die Hyperfein-Parameter der Fe-Nanocluster auswirkt, wurden jeweils unmittelbar nach der Bedeckung mit Pt bzw. Au auch *in-situ*-CEMS-Messungen im UHV durchgeführt. Auf diese Weise ist sichergestellt, dass sowohl der Abstand zwischen Probe und Quelle als auch der gleiche Mössbauer-Antrieb und die gleiche  $^{57}\text{Co}$ -Quelle benutzt wurden. Dadurch sind kleinere systematische Fehler, die durch eine Veränderung der Messgeometrie herrühren könnten, ausgeschlossen. Anschließend wurden die beiden Proben aus der UHV-Apparatur ausgebaut und auch *ex-situ* untersucht, und zwar im Nullfeld und im externen Feld  $B_{ext}$ . Alle im Nullfeld bei RT

Tabelle 5.2: Die aus den CEM-Spektren der Abb. 5.6 und 5.7 ermittelten spektralen Mössbauerparameter für die bei RT in-situ im UHV bzw. ex-situ untersuchten 2.5 ML-dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Filme (Probe #1 bzw. Probe #2). Pt-cap: abgedeckt mit 0.4 nm Pt (Probe #1), Au-cap: abgedeckt mit 0.3 nm Au (Probe #2). Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 5.1 erklärt.

Probe	$\Gamma$ (mm/s)	$\delta$ (mm/s)	$\Delta E_Q$ (mm/s)	$A_{21}$
<b>Probe #1</b>				
Abb. 5.6(a) ohne Pt-cap in-situ	0.52(3)	0.25(1)	0.63(2)	0.97(7)
Abb. 5.7(a) mit Pt-cap in-situ	0.39(4)	0.32(2)	0.45(2)	0.61(5)
Abb. 5.7(b) mit Pt-cap ex-situ	0.44(1)	0.31(1)	0.45(1)	0.89(3)
<b>Probe #2</b>				
Abb. 5.6(b) ohne Au-cap in-situ	0.57(3)	0.26(1)	0.68(3)	1.01(6)
Abb. 5.7(c) mit Au-cap in-situ	0.51(3)	0.36(1)	0.56(2)	0.80(6)
Abb. 5.7(d) mit Au-cap ex-situ	0.53(1)	0.36(1)	0.61(1)	0.94(3)

aufgenommenen CEM-Spektren sind in Abb. 5.7 gezeigt, und zwar für die bedeckten  $^{57}\text{Fe}$ (2.5 ML)-Filme zum besseren Vergleich. Die aus der Anpassung mit einem asymmetrischen Quadrupol-Dublett gewonnen spektralen Mössbauerparameter sind ebenfalls in der Tabelle 5.2 (mit Pt- bzw. Au-cap) aufgeführt, um auch direkt den Vergleich mit den „freien“ Fe-Nanocluster zu ermöglichen.

Die Spektren der bedeckten  $^{57}\text{Fe}$ -Cluster im Nullfeld (Abb. 5.7) zeigen alle eine elektrische Quadrupolaufspaltung, jedoch gibt es deutliche Veränderungen gegenüber den „freien“ unbedeckten Fe-Nanoclustern. Was sofort auffällt ist, dass die Linienbreite  $\Gamma$  der Dublett-Linien bei den bedeckten Fe-Nanoclustern (Tabelle 5.2) deutlich schmaler ist als bei den freien Clustern. Dieser Effekt ist bei der Pt-Deckschicht ausgeprägter als bei der Au-Deckschicht. So nimmt die Linienbreite  $\Gamma$  bei den in-situ-CEMS-Messungen an den freien Fe-Nanocluster von 0.52(3) mm/s auf 0.39(4) mm/s bei Pt-Bedeckung ab (Probe #1). Bei der Probe #2 ist der Unterschied von  $\Gamma = 0.57(3)$  mm/s bei den freien Fe-Nanocluster auf  $\Gamma = 0.51(3)$  mm/s mit Au-Bedeckung nicht so groß und sogar noch im Rahmen der statistischen Ungenauigkeit. Vergleicht man die Resultate der in-situ- und ex-situ-Messungen für den bedeckten Fall (Tabelle 5.2), so findet man, dass die  $\Gamma$ -Werte sich nicht signifikant ändern. Bei der mit Pt bzw. Au bedeckten Probe ergibt sich im ex-situ-Falle eine Linienbreite von 0.44(1) bzw. 0.53(1) mm/s, was deutlich kleiner ist als die Linien-



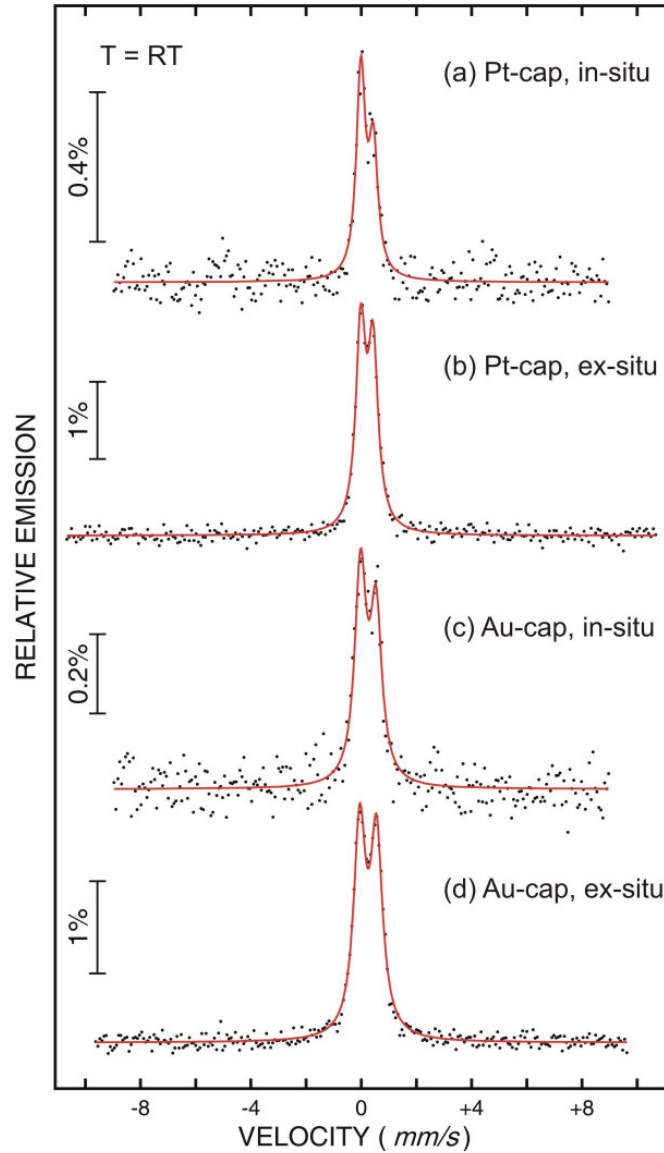


Abbildung 5.7: Bei RT gemessene CEM-Spektren von 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}(001)$ -Filmen auf  $\text{GaAs}(001)-(4\times 6)$ : (a) bedeckt mit 0.4 nm Pt, gemessen in-situ im UHV (Probe #1); (b) wie (a), jedoch ex-situ gemessen; (c) bedeckt mit 0.3 nm Au, gemessen in-situ im UHV (Probe #2); (d) wie (c), jedoch ex-situ gemessen.

breite der freien Fe-Nanocluster. Der Einfluss der Pt-Deckschicht auf die Linienbreite ist deutlich größer als der Einfluss der Au-Deckschicht.

Ähnliches Verhalten ist bei der elektrischen Quadrupolaufspaltung zu sehen (Tabelle 5.2). Dort ist der Einfluss der Pt-Deckschicht auch größer als bei der Au-Deckschicht.  $\Delta E_Q$  für Probe #1 nimmt stark ab von 0.63(2) mm/s bei den freien Fe-Nanoclustern auf 0.45(2) mm/s bei Pt-Bedeckung. Der letztere Wert ist identisch mit dem  $\Delta E_Q = 0.45(1)$  mm/s bei der ex-situ Messung. Bei der Au-bedeckten

Probe #2 ändert sich die elektrische Quadrupolaufspaltung weniger als bei der Pt-bedeckten Probe. So ist der  $\Delta E_Q$ -Wert ohne Deckschicht 0.68(3) mm/s und mit Au-Bedeckung 0.56(2) mm/s (in-situ) bzw. 0.61(1) mm/s (ex-situ).

In metallischem Fe entsteht die elektrische Quadrupolaufspaltung bei Symmetriebrechung zum größten Teil durch die elektronischen d-Bänder. Nun ist von der Bandstruktur-Theorie für AuFe-Legierungen bekannt, dass sich die elektronischen d-Bänder von Au und Fe nicht überlappen [121]. Deshalb kommt es zu keiner Hybridisierung und dadurch auch zu keiner starken Beeinflussung der d-Schale im Fe. Demnach wirkt die Au-Deckschicht auf die Fe-3d-Bandstruktur näherungsweise wie Vakuum. Anders im Falle des Pt, bei dem es zu einer starken Hybridisierung der d-Bänder von Fe und Pt kommt, mit dem Resultat, dass sich  $\Delta E_Q$  bei Pt-Bedeckung deutlich erniedrigt.

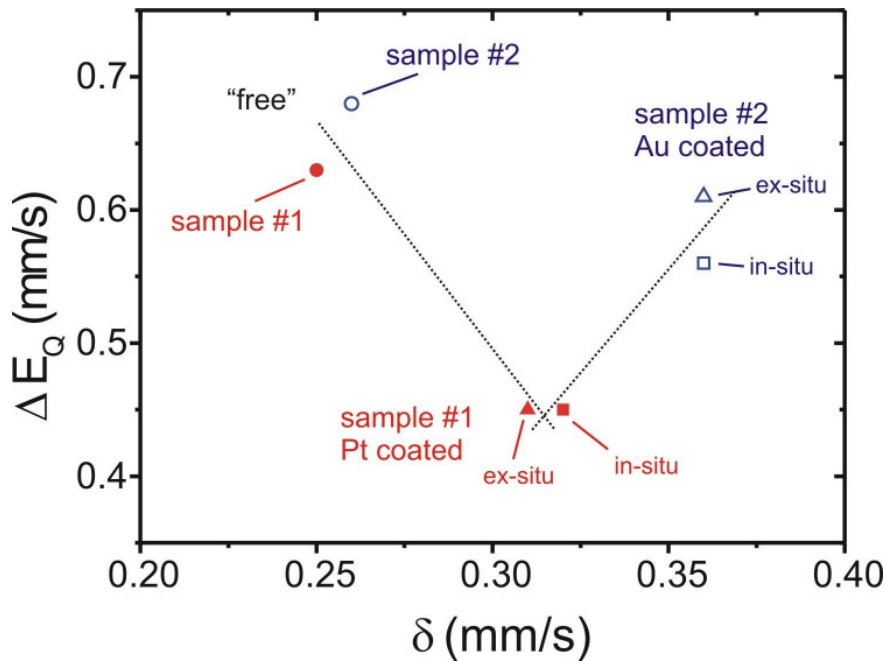


Abbildung 5.8: Zusammenhang zwischen der elektrischen Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  und der Isomerieverschiebung  $\delta$ , welcher sich aus den bei RT gemessenen CEM-Spektren (Abb. 5.6 und 5.7) der Probe #1 und der Probe #2 (beide mit 2.5 ML  $^{57}\text{Fe}$ -Bedeckung auf GaAs(001)-(4×6)) ergibt. Gezeigt sind die Datenpunkte der „freien“ unbedeckten Fe-Cluster, gemessen in-situ im UHV (Kreise), sowie bedeckt mit 0.4 nm Pt (Probe #1, volle und rote Datenpunkte) bzw. mit 0.3 nm Au (Probe #2, offene und blaue Datenpunkte). Gemessen wurde bei RT in-situ im UHV oder ex-situ. Die Zahlenwerte sind in Tabelle 5.2 aufgeführt.

Interessant ist nun, dass sich die Isomerieverschiebung  $\delta$  anders verhält als  $\Delta E_Q$  (Tabelle 5.2). Hier ist der Einfluss der Au-Deckschicht größer als der der Pt-Deck-

schicht. Im Falle der Probe #1 gibt es eine positive Isomerieverschiebung von 0.25(1) mm/s bei den freien Fe-Nanocluster und 0.32(2) mm/s bei Pt-Bedeckung. (Ein ähnlicher Wert ergibt sich auch bei der ex-situ-Messung mit  $\delta = 0.31(1)$  mm/s.) Die Pt-Bedeckung induziert also eine  $\delta$ -Änderung von +0.07 mm/s. Im Falle der Probe #2 kommt es nach Au-Bedeckung zu einer noch größeren  $\delta$ -Änderung. So nimmt der  $\delta$ -Wert von 0.26(1) mm/s ohne Au-Bedeckung auf 0.36(1) mm/s mit Au-Bedeckung zu, sowohl für die in-situ- als auch für die ex-situ-Messung. Die Au-Deckschicht induziert also eine  $\delta$ -Änderung von +0.10 mm/s. Im Gegensatz zur elektrischen Quadrupolaufspaltung hängt die Isomerieverschiebung  $\delta$  von der gesamten s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kernort ab. Diese ist direkt mit der Besetzung des 4s-Leitungsbandes des Eisens verknüpft. Die Isomerieverschiebung hängt nur indirekt über elektronische Abschirmeffekte durch 3d-Elektronen des Fe mit der 3d-Bandstruktur zusammen. Da diese sich aber, wie oben bei der elektrischen Quadrupolaufspaltung erläutert, mangels Hybridisierung bei Au-Fe nicht wesentlich ändert, kann die große  $\delta$ -Änderung von 0.1 mm/s bei Au-Bedeckung wahrscheinlich nur von einer durch Au veränderten s-Elektronendichte der 4s-Leitungselektronen des Fe herrühren. Da eine positive  $\delta$ -Änderung bei  $^{57}\text{Fe}$  einer Abnahme der s-Elektronendichte am Kernort entspricht, bedeutet dies, dass Fe-Atome an der Fe/Au-Grenzfläche 4s-Elektronen an die benachbarten Au-Atome abgeben.

In Abb. 5.8 ist der Zusammenhang zwischen der elektrischen Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  und der Isomerieverschiebung  $\delta$  gezeigt, welcher sich aus den bei RT gemessenen CEM-Spektren der Probe #1 (rote Symbole) und der Probe #2 (blaue Symbole) ergab (siehe Tabelle 5.2). Es wird deutlich, dass die höchste elektrische Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  (größte Symmetriebrechung) und niedrigste Isomerieverschiebung  $\delta$  (größte s-Elektronendichte am  $^{57}\text{Fe}$ -Kern) bei den unbedeckten Fe-Clustern im UHV existiert. Bei Pt- und Au-Bedeckung wird die Isomerieverschiebung positiver, da wahrscheinlich an der Grenzfläche Fe/Deckschicht zunehmender s-Elektronentransfer von Fe-Atomen zu Pt- bzw. Au-Atomen stattfindet. Die hohe Quadrupolaufspaltung  $\Delta E_Q$  der freien Fe-Cluster sinkt stark bei Pt-Bedeckung und steigt wieder an bei Au-Bedeckung. Dieses könnte mit Abschirmung des elektrischen Feldgradienten (EFG) durch Leitungselektronen zusammenhängen. Bei Pt-Bedeckung findet dann möglicherweise eine stärkere Abschirmung des EFG durch Leitungselektronen statt als bei Au-Bedeckung. Der kleine  $\Delta E_Q$ -Wert könnte aber auch durch eine stärkere Hybridisierung der d-Elektronen von Fe und Pt herrühren, wenn z.B. die 3d-Löcher im Fe-Atom durch d-Elektronen aus dem Pt aufgefüllt werden und dadurch der EFG verringert wird. Den  $\Delta E_Q$ -Anstieg bei Au-Bedeckung kann man entweder durch eine geringere oder vernachlässigbare Hybridisierung von Fe- bzw. Au-d-Elektronen erklären oder mit einer geringeren Abschirmung des EFG

durch Leitungselektronen.

Qualitativ lässt sich der Ladungsaustausch mit Hilfe der Paulingschen Elektronegativität beschreiben. Aufgrund der großen Elektronegativität von Au (= 2.54) im Vergleich zu Fe (= 1.83) findet ein Elektronen-Ladungstransfer vom Fe-Atom zum Au-Atom statt. Dann sind weniger s-Elektronen am Fe-Atom und die Abschirmung des EFG sinkt. Die Korrelation zwischen der Isomerieverschiebung  $\delta$  und der Pauling-Elektronegativität ist in Abb. 5.9 gezeigt. Der Zusammenhang zwischen den gemessenen Datenpunkten und den gezeigten Symbolen ist die gleiche wie in Abb. 5.8. In Abb. 5.9 wird deutlich, dass es eine näherungsweise lineare Abhängigkeit der Isomerieverschiebung von der Pauling-Elektronegativität gibt. Der Ladungstransfer an der Grenzfläche vom Fe zum Au ist stärker als derjenige vom Fe zum Pt, weil die Pauling-Elektronegativität vom Au mit 2.54 größer ist als vom Pt mit 2.28.

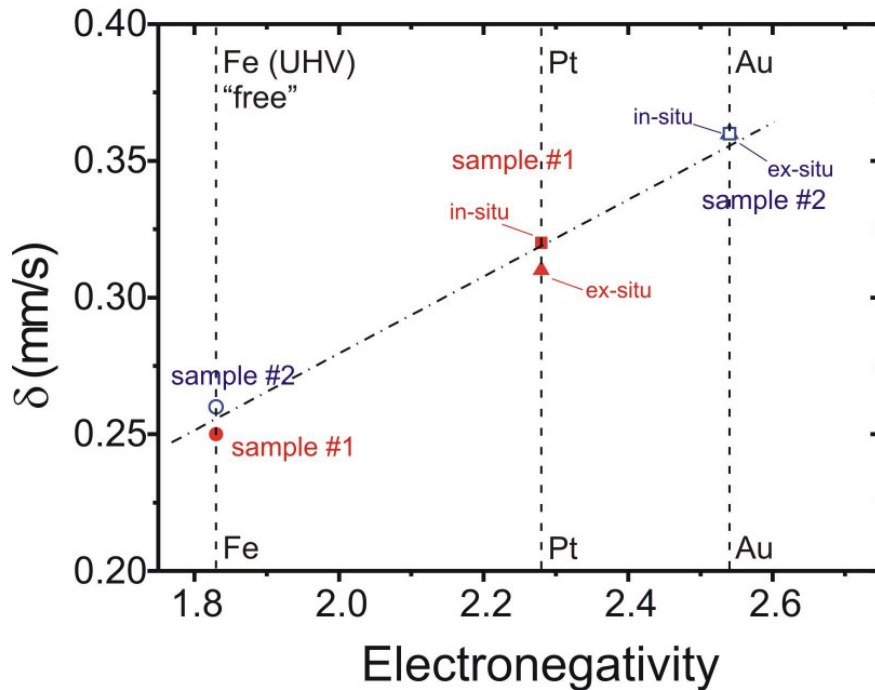


Abbildung 5.9: Zusammenhang zwischen der Isomerieverschiebung  $\delta$  und der Pauling-Elektronegativität. Die Werte für die Isomerieverschiebung wurden aus bei RT gemessenen CEM-Spektren (Abb. 5.6 und 5.7) der Probe #1 und der Probe #2 gewonnen. Gezeigt sind die Datenpunkte der „freien“ unbedeckten  $^{57}\text{Fe}$ -Cluster auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6), gemessen in-situ im UHV (Kreise), sowie bedeckt mit 0.4 nm Pt (Probe #1) bzw. mit 0.3 nm Au (Probe #2). Gemessen wurde bei RT entweder in-situ im UHV oder ex-situ. Die Werte für die Pauling-Elektronegativität (Fe: 1.83, Pt: 2.28 und Au: 2.54) stammen aus Ref. [122]. Die Zahlenwerte für die Isomerieverschiebung sind in Tabelle 5.2 aufgeführt.

Was weiterhin in Tabelle 5.2 auffällt ist, dass die Dubletts der mit einer Deckschicht versehenen Fe-Cluster eine deutliche Linien-Asymmetrie  $A_{21}$  zeigen (bei Pt:  $A_{21} = 0.61(5)$ , bei Au:  $A_{21} = 0.80(6)$ ). Dies steht im Gegensatz zum Fall der unbedeckten Fe-Cluster, deren Dubletts innerhalb der Statistik keine Asymmetrie aufweisen (bei beiden Proben ist  $A_{21} \approx 1.0(1)$ ).  $A_{21} = 1.0$  bedeutet, dass der elektrische Feldgradient (EFG) entweder räumlich isotrop (relativ zur Mössbauer-Gammastrahlung) ausgerichtet ist, oder dass die Hauptkomponente  $V_{zz}$  unter dem magischen Winkel von ca.  $54^\circ$  orientiert ist. Letzteres ist unwahrscheinlich. Die Werte von  $A_{21} < 0$  deuten darauf hin, dass die EFG-Komponente  $V_{zz}$  der Fe-Nanocluster durch Pt- bzw. Au-Atome der Deckschicht eine senkrechte Vorzugsrichtung bekommt. Dieser Effekt ist bei Pt größer als bei Au.

Generell kann hier festgestellt werden, dass der Effekt der Au-Deckschicht auf die Fe-3d-Elektronen geringer ist als bei der Pt-Deckschicht, was im wesentlichen daran liegt, dass die d-Bänder von Au und Fe nicht hybridisieren und die Au-Deckschicht sich fast wie Vakuum verhält. Es findet lediglich ein Transfer von s-Elektronen vom Fe zum Au statt. Interessant wäre natürlich auch zu wissen, in wieweit sich das magnetische Verhalten der Fe-Nanocluster bei tiefen Temperaturen, wie z.B. die superparamagnetische Blocking-Temperatur  $T_B$  mit der Au-Deckschicht ändert. Leider konnten diese Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt werden. Allerdings wurde das magnetische Verhalten der bedeckten Fe-Nanocluster bei RT im äußeren magnetischen Feld untersucht, was im nächsten Kapitel beschrieben wird.

### 5.4.3 Einfluss des externen Magnetfeldes

Zusätzlich zu den in-situ-CEMS-Messungen wurden die beiden Proben #1 und #2 auch ex-situ mit einem angelegten Magnetfeld  $B_{ext}$  untersucht. Dazu wurde das Magnetfeld in der Filmebene parallel zur [110]-Azimutrichtung des GaAs(001) angelegt. Mit dem verwendeten Elektromagneten konnte ein maximales Magnetfeld von 1.3 T an der Probe erreicht werden. Die Ergebnisse der CEMS-Messungen im externen Feld erlauben (wie auch schon in Kap. 5.3 erwähnt) eine Aussage darüber, ob die bedeckten Fe-Nanocluster superparamagnetisch sind. In der Abb. 5.10 sind alle CEM-Spektren der Pt-bedeckten Probe #1, die mit äußerem Magnetfeld und bei RT gemessen wurden, dargestellt. (Für die Messung der CEM-Spektren im externen Magnetfeld wurde anders als zuvor ein sinusförmiges Geschwindigkeitsprofil benutzt.) Es wurde zuerst das maximal mögliche Magnetfeld von  $B_{ext} = 1.3$  T angelegt und nach der jeweiligen CEMS-Messung dann schrittweise erniedrigt. So wurden CEM-Spektren bei äußeren Magnetfeldern von  $B_{ext} = 1.3, 1.0, 0.75, 0.5, 0.25, 0.1$ ,

0.05, 0.0 T gemessen. Die Spektren wurde allesamt mit einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung angepasst. Dabei wurde aber das Linienintensitätsverhältnis der Mössbauerlinien #2 (bzw. #5) zu #3 (bzw. #4), wie auch schon bei der Anpassung der in-situ-CEM-Spektren, mit 4.0 festgehalten. Es wurde also für die Anpassung angenommen, dass die Fe-Spins eine bevorzugte Lage parallel zur Filmebene besitzen. Die erhaltenen spektralen Mössbauerparameter sind in der Tabelle 5.3 zusammengefasst.

Bei den CEM-Spektren der Abb. 5.10 fällt auf, dass schon kleine externe Magnetfelder zu einer deutlichen magnetischen Hyperfeinfeldaufspaltung in den Fe-Nanocluster führen. Dieses Verhalten ist ein Beweis dafür, dass die Pt-bedeckte Probe #1 bei RT thermisch fluktuierende Cluster-Momente enthält, die durch das externe Feld in zunehmendem Maße blockiert werden. Im Vergleich zu der 0 T-Messung ist schon bei  $B_{ext} = 0.05$  T eine Verbreiterung eingetreten, die bei 0.1 T schon deutlich zu sehen ist. Dieser Trend setzt sich auch bei größeren externen Magnetfeldern fort. Eine genauere Betrachtung anhand des gemessenen mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes (auch effektives magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{eff} \rangle$  genannt) zeigt ebenfalls diesen Trend. Zum Betrag des effektiven magnetischen Hyperfeinfeldes  $B_{eff}$  muss der Betrag des externen Feldes  $B_{ext}$  hinzu addiert werden, um den Betrag des intrinsischen mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{hf} \rangle$  zu bekommen ( $\langle B_{hf} \rangle = \langle B_{eff} \rangle + B_{ext}$ ). Hier kommt es zu einem relativ starken Anstieg bei kleinen externen Magnetfeldern, z.B. ergeben sich hohe  $\langle B_{eff} \rangle$ -Werte von 2.4(1), 3.6(1), 5.1(2), 8.7(4), 10.6(4) und 12.1(3) T bei kleinen externen Magnetfeldern von 0.0, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 und 0.75 T. Danach ist der Anstieg von  $\langle B_{eff} \rangle$  nicht mehr so groß und der Wert scheint mit steigendem externem Magnetfeld zu sättigen: für  $B_{ext}$  von 1.0 bzw. 1.3 T erhält man für das gemessene mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  Werte von 13.0(4) bzw. 12.9(3) T. Das gleiche qualitative Verhalten ergibt sich bei der RMS-Breite der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  (Tabelle 5.3). Dabei steigen die Werte von 2.1 T im Nullfeld bis hin zu 11.2 T bei einem externen Magnetfeld von 1.3 T. Der Anstieg bis zur Sättigung liegt wohl in der Größenverteilung der Fe-Nanocluster begründet. Die magnetischen Momente von größeren Fe-Nanocluster können schon durch ein kleineres Magnetfeld „eingefroren“ werde, wohingegen bei kleineren Fe-Nanocluster ein größeres externes Magnetfeld erforderlich ist. Ab einem gewissen Magnetfeld sind alle Fe-Nanocluster eingefroren, und deshalb sättigt dann das gemessene mittlere magnetische Hyperfeinfeld bzw. das RMS- $B_{eff}$ . Bei den CEM-Spektren (Abb. 5.10) ist noch zu beachten, dass in der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  gerade bei kleinen äußeren Magnetfeldern ein Peak bei kleinen Feldwerten vorhanden ist. Dieser ist wahrscheinlich denjenigen Fe-Nanoclustern zuzuordnen, die noch nicht eingefroren sind und sich

deshalb innerhalb des typischen Zeitfensters von CEMS noch superparamagnetisch

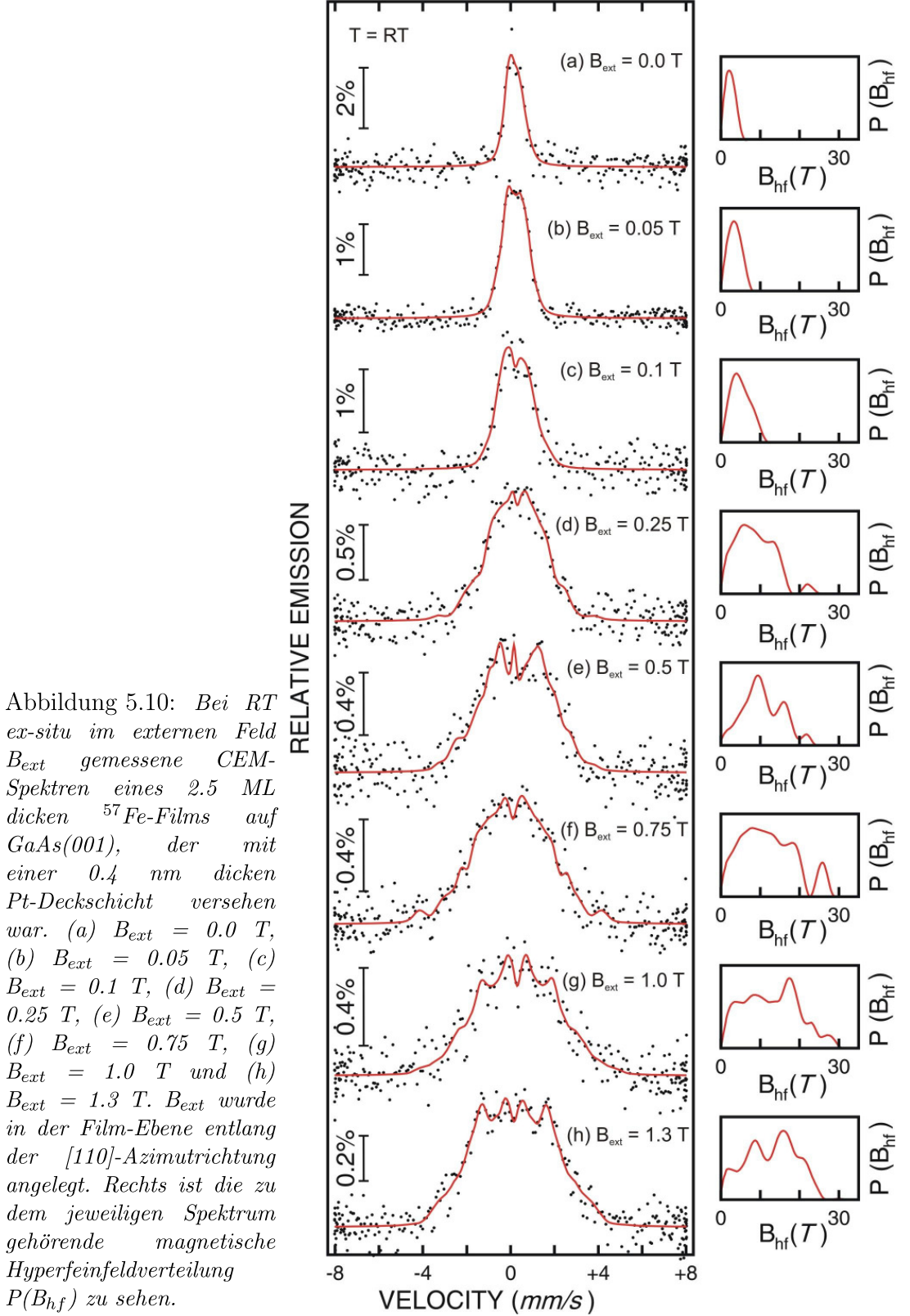


Tabelle 5.3: Die spektralen Mössbauerparameter aus der Abb. 5.10 für einen 2.5 ML-dicken  $^{57}\text{Fe}$  Film, der bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  auf GaAs(001)-(4×6) aufgedampft und anschließend mit 40 Å Pt abgedeckt wurde. Die Probe wurde bei RT bei verschieden starken externen Magnetfeldern  $B$  gemessen. Die CEM Spektren wurden mit einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung angepasst. Es sind das gemessene mittlere magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{eff} \rangle$ , die Isomerieverschiebung  $\delta$  (relativ zu bulk  $\alpha\text{-Fe}$  bei RT), die elektrische Quadrupol-Kernniveauverschiebung  $2\epsilon$  und das gemessene RMS- $B_{eff}$  (root mean square) der  $P(B_{hf})$ -Verteilung angegeben. Um den Wert des intrinsischen magnetischen Hyperfeinfeldes zu erhalten, muß zum gemessenen effektiven magnetischen Hyperfeinfeld das externe Feld addiert werden.

	$\langle B_{eff} \rangle$	$\delta$	$2\epsilon$	RMS- $B_{eff}$
	(T)	(mm/s)	(mm/s)	(T)
B = 0.0 T	2.4(1)	0.29(2)	0.06(17)	2.1
B = 0.05 T	3.6(1)	0.30(4)	-0.08(5)	3.2
B = 0.1 T	5.1(2)	0.35(1)	0.01(17)	4.5
B = 0.25 T	8.7(4)	0.34(4)	-0.2(9)	7.3
B = 0.5 T	10.6(4)	0.32(10)	-0.04(8)	9.4
B = 0.75 T	12.1(3)	0.15(2)	-0.16(11)	10.0
B = 1.0 T	13.0(4)	0.42(1)	0.05(11)	11.0
B = 1.3 T	12.9(3)	0.28(1)	0.04(9)	11.2

Verhalten.

Die elektrischen Quadrupol-Kernniveauverschiebung  $2\epsilon$  ist nahezu zu vernachlässigen, da die Werte von Spektrum zu Spektrum immer um 0.0 mm/s liegen, mal positiv mal negativ (Tabelle 5.3). Dies ist aber auch an der Symmetrie der CEM-Spektren erkennbar. Die Isomerieverschiebung liegt im Durchschnitt bei 0.31 mm/s und ist damit ähnlich wie der Wert im vorherigen Kapitel 5.4.2.

Die Probe #2, bei der die 2.5 ML dicken  $^{57}\text{Fe}$ -Nanocluster mit Au bedeckt wurden, wurde ebenfalls unter dem Einfluss eines äußeren Magnetfeldes bei RT untersucht. Auch hier war das externe Magnetfeld in der [110]-Azimutrichtung angelegt. In der Abb. 5.11 sind die CEM-Spektren dieser Probe bei verschiedenen Magnetfeldern zusammengestellt. Es wurden die gleichen externen Magnetfeldstärken und die gleichen spektralen Fit-Parameter benutzt wie bei der mit Pt bedeckten Probe #1. Die erhaltenen spektralen Mössbauerparameter sind in der Tabelle 5.4 auf-



geführt. Sowohl in den CEM-Spektren als auch an den Werten in der Tabelle für die

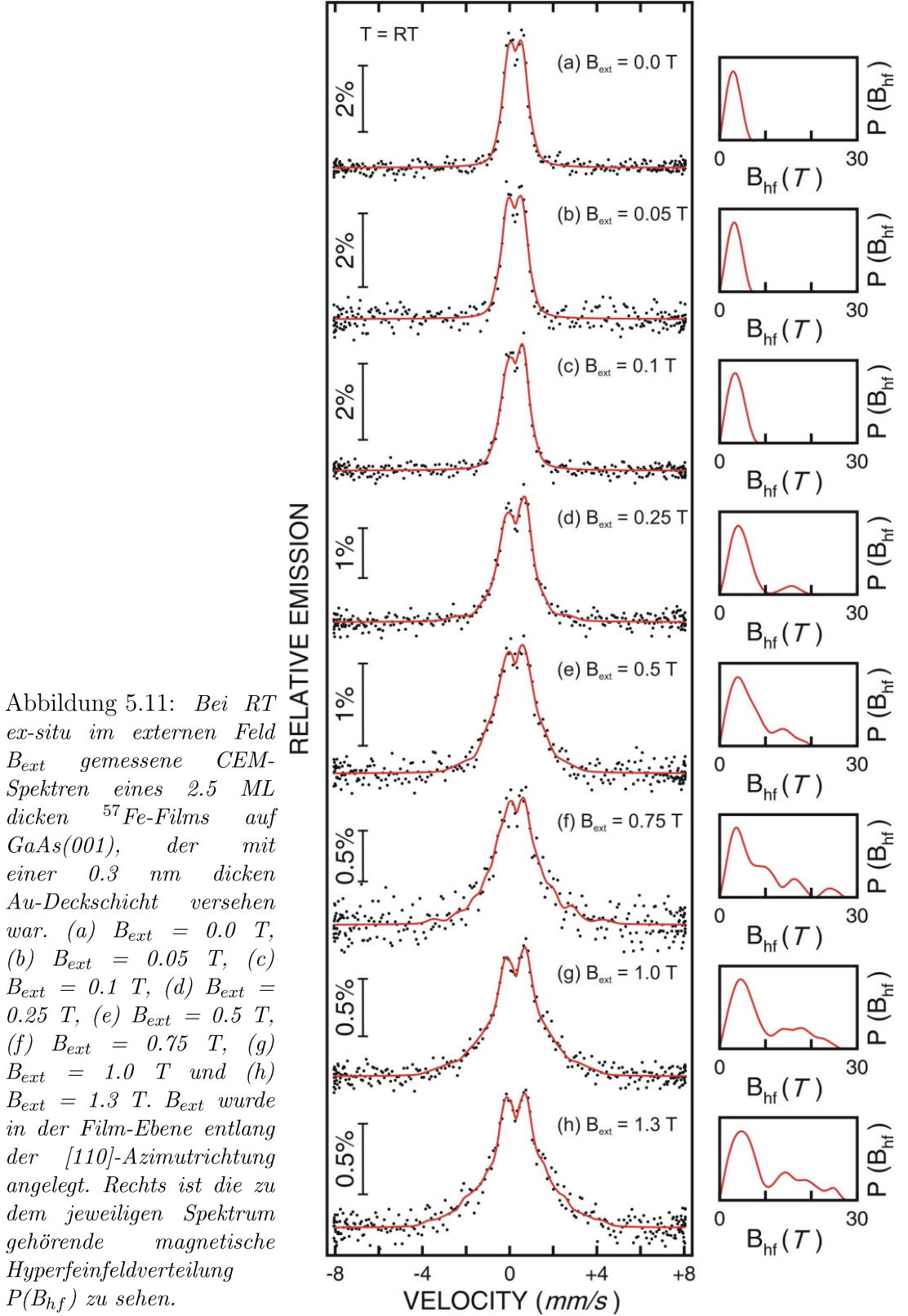


Tabelle 5.4: Die spektralen Mössbauerparameter aus der Abb. 5.11 für einen 2.5 ML-dicken  $^{57}\text{Fe}$  Film, der bei  $T_S \sim 40^\circ\text{C}$  auf GaAs(001)-(4 $\times$ 6) aufgedampft und anschließend mit 30 Å Au abgedeckt wurde. Die Probe wurde bei RT bei verschieden starken externen Magnetfeldern  $B$  gemessen. Die CEM Spektren wurden mit einer breiten magnetischen Hyperfeinfeldverteilung angepasst. Die spektralen Mössbauerparameter wurden bereits in Tabelle 5.3 erklärt.

	$\langle B_{eff} \rangle$	$\delta$	$2\epsilon$	RMS- $B_{eff}$
	(T)	(mm/s)	(mm/s)	(T)
B = 0.0 T	3.1(1)	0.37(1)	0.01(5)	2.8
B = 0.05 T	3.3(1)	0.33(1)	-0.03(8)	3.0
B = 0.1 T	3.6(1)	0.36(1)	-0.03(5)	3.3
B = 0.25 T	5.6(2)	0.36(4)	-0.07(4)	4.1
B = 0.5 T	6.7(2)	0.35(1)	-0.08(8)	5.1
B = 0.75 T	8.3(5)	0.39(1)	-0.16(8)	5.7
B = 1.0 T	9.1(3)	0.36(3)	-0.04(4)	6.5
B = 1.3 T	9.7(3)	0.40(3)	0.04(5)	6.9

Au-bedeckte Probe #2 sind deutliche Unterschiede zu der Pt-bedeckten Schicht zu sehen. Dies bestätigt nochmals die Annahme, dass unterschiedliche Bedeckungsmaterialien unterschiedliche Einflüsse auf die Eigenschaften der Fe-Nanocluster (siehe Kapitel 5.4.2) haben.

Auch bei den CEM-Spektren der Au-bedeckten Probe ist mit steigendem externen Magnetfeld eine Verbreiterung zu sehen. Allerdings bleibt bei den CEM-Spektren im Gegensatz zu der mit Pt-bedeckten Probe ein Teil des Spektrums im nicht-ferromagnetischen Zustand, was an dem Peak bei kleinen  $B_{hf}$ -Werten in der magnetischen Hyperfeinfeldverteilung  $P(B_{hf})$  zu sehen ist. Dies lässt vermuten, dass es für die Pt-bedeckten Fe-Nanocluster einfacher ist, miteinander in Wechselwirkung zu treten, als für die Au-bedeckten Fe-Nanocluster, da die Au-Bedeckung mehr wie Vakuum wirkt. Eine genauere Betrachtung anhand der spektralen Mössbauerparameter zeigt auch, dass der Anstieg des gemessenen mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{eff} \rangle$  bzw. der RMS- $B_{eff}$  nicht so stark ausfällt wie zuvor bei der Pt-bedeckten Probe. So ergeben sich  $\langle B_{eff} \rangle$ -Werte von 3.1(1), 3.3(1), 3.6(1), 5.6(2), 6.7(2), 8.3(5), 9.1(3) und 9.7(3) T für die von außen angelegten Magnetfelder von 0.0, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0 und 1.3 T. Leider konnten aus apparativen Gründen keine größeren externen Magnetfelder angelegt werden. Aufgrund der langsamen

Steigung bis zu 1.3 T kann man sagen, dass die Sättigung aller Fe-Nanocluster noch nicht erreicht wurde. Vermutlich waren die kleinsten Fe-Nanocluster bei 1.3 T im Gegensatz zu den Pt-bedeckten Fe-Nanoclustern noch nicht blockiert. Aber ebenso ist zu beobachten, dass auch hier das gemessene mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{eff} \rangle$  größer ist als das externe Magnetfeld. Dies beweist, dass auch die Au-bedeckten Fe-Nanocluster superparamagnetisch sind.

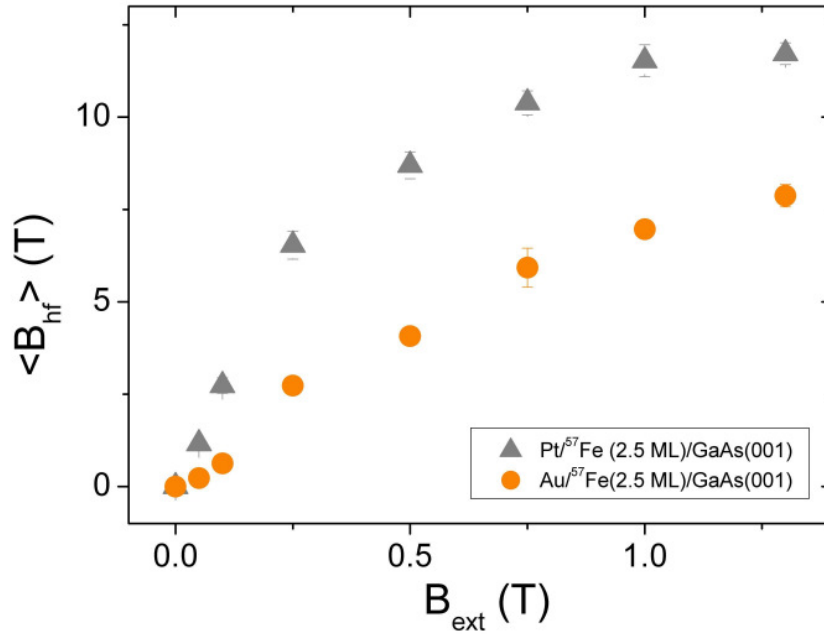


Abbildung 5.12: Mittleres intrinsisches magnetisches Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$  in Abhängigkeit vom externen Magnetfeld  $B_{ext}$  (in Tabelle 5.3 und 5.4 mit  $B$  bezeichnet) für die mit 0.4 nm Pt bedeckten (Dreiecke)  $^{57}\text{Fe}$ -Nanocluster (Probe #1) und die mit 0.3 nm Au bedeckten (Kreise)  $^{57}\text{Fe}$ -Nanocluster (Probe #2), in  $^{57}\text{Fe}(2.5 \text{ ML})/\text{GaAs}(001)-(4 \times 6)$ . Die Messungen erfolgten bei RT.

Auch bei den Au-bedeckten Nanoclustern ist die elektrischen Quadrupol-Kernniveaushiftung nahezu zu vernachlässigen, da die Werte um 0.0 mm/s schwanken. Die Isomerieverschiebung liegt bei der mit Au bedeckten Probe im Durchschnitt bei 0.37 mm/s und ist damit größer als der Wert der Pt-bedeckten Probe, was schon im vorherigen Kapitel 5.4.2 beobachtet wurde.

Anhand der CEM-Untersuchungen ist ganz deutlich geworden, dass die Schutzschichten einen Einfluss auf die darunter liegenden magnetischen Schichten haben. So ist es, wie im hier untersuchten Fall, für die einzelnen Fe-Nanocluster möglich, über die Pt-Deckschicht miteinander in Wechselwirkung zu treten. Dies ist anhand der deutlich größeren Antwort des mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{eff} \rangle$

auf das externe Magnetfeld deutlich. In Abb. 5.12 wird der Sachverhalt veranschaulicht. Dort ist das intrinsische mittlere magnetische Hyperfeinfeld  $\langle B_{hf} \rangle$ , welches aus den CEM-Spektren in Abbildungen 5.10 und 5.11 erhalten wurde, als Funktion des externen Magnetfeldes dargestellt.

In der Abbildung 5.12 ist die deutlich stärkere Reaktion des magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{hf} \rangle$  der Pt-bedeckten Fe-Nanocluster auf das externe Magnetfeld als bei den Au-bedeckten Fe-Nanocluster zu erkennen. Zudem sättigt das magnetische Hyperfeinfeld bei der Pt-bedeckten Probe, was bei der Au-bedeckten Probe nicht der Fall ist. Wie schon gesagt, ist die stärkere Antwort durch eine größerer Wechselwirkung der einzelnen Fe-Nanocluster über die Pt-Deckschicht zu erklären, wohingehend die Au-Deckschicht aus magnetischer Sicht viel weniger Einfluss hat. Der Grund liegt wahrscheinlich in der relativ großen, an der Grenzfläche induzierten magnetischen Pt-Momenten, die zur Kopplung der Fe-Clustermomente führen. Induzierte Au-Momente sind wesentlich kleiner und für die Kopplung offensichtlich nicht effektiv.

## 5.5 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurden die magnetischen Eigenschaften von freien ultradünnen Fe-Filmen auf GaAs(001)-(4×6) sowie der Einfluss von verschiedenen Deckschichten untersucht, welche bislang noch so gut wie gar nicht untersucht waren, obwohl Fe/GaAs(001) schon seit langem als Materialsystem untersucht wird. Anhand der Abhängigkeit der magnetischen Hyperfeinfeldaufspaltung  $\langle B_{hf} \rangle$  von der Temperatur  $T$  bei den in-situ gemessenen CEM-Spektren (Kapitel 5.3) wird deutlich, dass die „freien“ Fe-Cluster auf GaAs(001)-(4×6) im Anfangsstadium superparamagnetisch sind. Die magnetische Hyperfeinfeldaufspaltung  $\langle B_{hf} \rangle$  fällt quasie-linear mit der Temperatur  $T$  ab, bis sich bei einer Fe-Bedeckung von  $t_{Fe} = 2.5$  ML eine Blocking-Temperatur von  $T_B = 165 \pm 5$  K ergibt. Demnach handelt es sich bei den in-situ „freien“ Fe-Cluster auf GaAs(001) um einen Übergang von Superparamagnetismus zu Ferromagnetismus. Der hier mittels CEMS abgeschätzte Wert für die magnetische Anisotropiekonstante  $C \approx 7.8 \cdot 10^5 \frac{J}{m^3}$  ist von der gleichen Größenordnung wie bei Zakeri et al. [111], der die senkrechte Komponente der effektiven Anisotropiekonstanten ( $k_{2\perp}$ ) bei 40 K mit  $K_{2\perp}^{eff} \approx 16 \cdot 10^5 \frac{J}{m^3}$  angibt.

Weiterhin wurde gezeigt, dass der Einfluss einer Au-Deckschicht auf die Fe-3d-Elektronen geringer ist als eine Pt-Deckschicht (Kapitel 5.4.2). Die elektrische Quadrupolaufspaltung der CEM-Spektren mit den „freien“ in-situ Fe-Clustern sind den

CEM-Spektren der Fe-Cluster mit Au-Deckschicht ähnlich, wohingegen die elektrische Quadrupolaufspaltung der CEM-Spektren mit den Fe-Clustern mit einer Pt-Deckschicht deutlich kleiner wird und große Unterschiede zu den „freien“ in-situ CEM-Spektren zeigen. Die Ursache liegt hauptsächlich daran, dass die Fe-d-Bänder nicht mit den Au-d-Bändern hybridisieren. Dadurch wirkt die Au-Deckschicht auf die Fe-Cluster fast wie Vakuum. Es werden lediglich s-Elektronen vom Fe zum Au transferiert. Es wird deutlich, dass es eine näherungsweise lineare Abhängigkeit der Isomerieverschiebung von der Pauling-Elektronegativität gibt.

Weiterhin wurde das magnetische Verhalten der bedeckten Fe-Cluster bei RT im äußeren magnetischen Feld untersucht (Kapitel 5.4.3). Dabei wurde aufgrund der deutlich größeren Antwort des mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{eff} \rangle$  auf das externe Magnetfeld  $B_{ext}$  deutlich, dass die Fe-Nanocluster über eine Pt-Deckschicht miteinander wechselwirken können. Die magnetischen Eigenschaften der Fe-Cluster werden durch das Pt verändert, beim Au hingegen geschieht dies nicht bzw. viel schwächer. Schon das anlegen kleiner externer Magnetfelder  $B_{ext}$  bewirkt bei den Fe-Clustern mit einer Pt-Deckschicht eine Vergrößerung des mittleren magnetischen Hyperfeinfeldes  $\langle B_{hf} \rangle$ , welches bei ca.  $B_{ext} = 1$  T gesättigt wird. Die Ursache ist wahrscheinlich die an der Grenzfläche induzierten magnetischen Pt-Momente. Die induzierten Au-Momente sind für die Kopplung nicht effektiv, was noch einmal zeigt, dass die Au-Deckschicht so ähnlich wie Vakuum wirkt.



# Literaturverzeichnis

- [1] G. A. Prinz, in: *Ultrathin Magnetic Structures, Vol. II*, edited by B. Heinrich and J. A. C. Bland (Springer, Berlin, 1994) pp. 1-44; G. A. Prinz, *Phys. Today* **48**, (1995), 58; *Science* **282** (1998) 1660.
- [2] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrmann, J. M. Daughton, S. von Molnár, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger, *Science* **294** (2001) 1488.
- [3] P. A. Dowben, and R. Skomski, *J. Appl. Phys.* **95** (2004) 7453.
- [4] M. Zwierzycki, K. Xia, P. J. Kelly, G. E. W. Bauer, and I. Turek, *Phys. Rev. B* **67** (2003) 092401.
- [5] H. Ohno, K. Yoh, K. Sueoka, K. Mukasa, A. Kawaharazuka, and M. E. Ramsteiner, *Jpn. J. Appl. Phys.* **42** (2003) L87.
- [6] A. T. Hanbicki, B. T. Jonker, G. Itskos, G. Kioseoglou, and A. Petrou, *Appl. Phys. Lett.* **80** (2002) 1240.
- [7] N. C. Gerhardt, S. Hövel, C. Brenner, M. R. Hofmann, F.-Y. Lo, D. Reuter, A. D. Wieck, E. Schuster, W. Keune, and K. Westerholt, *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 032502.
- [8] K. Mibu and T. Shinjo, *Hyperfine Interaction* **113** (1998) 287.
- [9] J. Tappert, S. Neumann, J. Jungmann, W. S. Kim, T. Ruckert, R. A. Brand, W. Keune, W. Kleemann, F. Richomme, J. Teillet, F. Klose, and H. Maletta, *Philos. Mag. B* **80** (2000) 257.
- [10] H. J. Zhu, M. Ramsteiner, H. Kostial, M. Wassermeier, H.-P. Schönherr, and K. H. Ploog, *Phys. Rev. Lett.* **87** (2001) 016601.
- [11] G. Wastlbauer and J. A. C. Bland, *Adv. Phys.* **54** (2005) 137.
- [12] John A. Venables, *Surf. Sci.*, **299/300** (1994) 798.

- [13] Diplomarbeit von K. Wilmers, *Aufbau einer Ultrahochvakuumanlage für Molekularstrahlepitaxie und Untersuchungen zu Struktur und Magnetismus von kubisch flächenzentrierten Eisenfilmen mittels Mössbauerspektroskopie*, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1995).
- [14] M. Henzler, W. Göpel, *Oberflächenphysik des Festkörpers*, Teubner Verlag, Stuttgart (1994) 2. Auflage.
- [15] Internetseite der Fa. Charles Evans & Associates ([www.cea.com/cai/augtheo/energies.htm](http://www.cea.com/cai/augtheo/energies.htm)).
- [16] R. Ichimura und S. Shimizu, *Surf. Sci.*, **112** (1981) 386.
- [17] R. Memeo, F. Ciccacci, C. Mariani und S. Ossicini, *Thin. Solid Film*, **109** (1983) 159.
- [18] P. M. Hall und J. M. Morabito, *Surf. Sci.*, **83** (1979) 391.
- [19] O. Brümmer, J. Heydenreich, K. H. Krebs, H. G. Schneider, *Handbuch Festkörperranalyse mit Elektronen, Ionen und Röntgenstrahlen*, Vieweg Verlag, Braunschweig/Wiesbaden (1980) 1. Auflage.
- [20] R. L. Mößbauer, *Z. Physik*, **151** (1958) 124.
- [21] R. L. Mößbauer, *Naturwissen.*, **45** (1958) 538.
- [22] G. Schatz, A. Weidinger, *Nukleare Festkörperphysik*, Teubner Verlag, Stuttgart (1997) 3. Auflage.
- [23] N. N. Greenwood, T. C. Gibb, *Mössbauer Spectroscopy*, Chapman and Hall Ltd., London (1971) 1. Edition.
- [24] P. Gütlich, R. Link und A. Trautwein, *Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry*, Springer Verlag, Berlin (1979).
- [25] U. Gonser (Herausgeber), *Mössbauer Spectroscopy, Topics in Appl. Phys. Vol. 5*, Springer Verlag, Berlin/Heidelberg/New York (1975).
- [26] H. Wegener, *Der Mössbauer-Effekt und seine Anwendungen in Physik und Chemie*, Hochschultaschenbücher-Verlag, Mannheim (1966) 2. Auflage.
- [27] D. Barb, *Grundlagen und Anwendungen der Mössbauerspektroskopie*, Akademie Verlag, Berlin (1980).
- [28] T. Shinjo and W. Keune, *J. Magn Magn Mater.* **200** (1999) 598.



- [29] Ch. Sauer, *Konversions-Elektronen-Mössbauer-Spektroskopie (CEMS)*, 24. IFF-Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich (1993).
- [30] *The SQUID Handbook, Vol. I Fundamentals and Technology of SQUID's and SQUID Systems*, edited by J. Clarke and A. I. Braginski (Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2004).
- [31] *Fundamentals of Magnetism and Magnetic Measurements Featuring Quantum Design's Magnetic property Measurement Systems*, edited by M. McElfresh (Quantum Design, Purdue University, 1994).
- [32] M. Seto, Y. Yoda, S. Kikuta, X. Zhang, and M. Ando, *Phys. Rev. Lett.* **74** (1995) 3828.
- [33] W. Sturhahn, T. S. Toellner, E. E. Alp, X. Zhang, M. Ando, Y. Yoda, S. Kikuta, M. Seto, C. W. Kimball, and B. Dabrowski, *Phys. Rev. Lett.* **74** (1995) 3832.
- [34] K. S. Singwi and A. Sjölander, *Phys. Rev.* **120** (1960) 1093.
- [35] V. G. Kohn, A. I. Chumakov, and R. Rüffer, *Phys. Rev. B* **58** (1998) 8437.
- [36] W. Sturhahn and V. G. Kohn, *Hyperfine Interactions* **123/124** (1999) 367.
- [37] T. Ruckert, W. Keune, W. Sturhahn, M. Y. Hu, J. P. Sutter, T. S. Toellner and E. E. Alp, *Hyperfine Interactions* **126** (2000) 363.
- [38] T. Ruckert, W. Keune, W. Sturhahn, and E. E. Alp, *J. Magn. Magn. Mater.* **240** (2002) 562.
- [39] B. Roldán, W. Keune, W. Sturhahn, T. S. Toellner, and M. Y. Hu, *Phys. Rev. B* **64** (2001) 235321.
- [40] A. Q. R. Baron, *Hyperfine Interactions* **125** (2000) 29.
- [41] T. S. Toellner, *Hyperfine Interactions* **125** (2000) 3.
- [42] W. Sturhahn, *J. Phys.: Condens. Matter* **16** (2004) S497.
- [43] *Nuclear resonant scattering of synchrotron radiation*, edited by E. Gerdau and H. de Waard, *Hyperfine Interactions* **123/124** (1999) and **125** (2000).
- [44] R. Röhlberger, *Nuclear Condensed Matter Physics with Synchrotron Radiation - Basic Principles, Methodology and Applications*, Springer-Verlag, Berlin (2004).
- [45] Marco Walterfang, Dissertation, Fakultät für Naturwissenschaften, Universität Duisburg-Essen, (2003)

- [46] H. J. Lipkin, *Annalen der Physik* **9** (1960) 332.
- [47] H. J. Lipkin, *Phys. Rev B* **52** (1995) 10073.
- [48] W. Sturhahn, PHOENIX: Computerprogramm zur Auswertung von NRIXS-Spektren erhältlich beim Autor, Argonne National Laboratory (Argonne, Illinois, USA).
- [49] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, M. Tselepi, J. A. C. Bland, and S. Holmes, *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998) 399.
- [50] D. J. Freeland, Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, M. Tselepi, and J. A. C. Bland, *Thin Solid Films* **343-344** (1999) 210.
- [51] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, D. J. Freeland, M. Tselepi, E. Ercole, and J. A. C. Bland, *J. Magn. Magn. Mater.* **198-199** (1999) 703.
- [52] Y. B. Xu, D. J. Freeland, M. Tselepi, and J. A. C. Bland, *Phys. Rev. B* **62** (2000) 1167; *J. Appl. Phys.* **87** (2000) 6110.
- [53] M. Tselepi, Y. B. Xu, D. J. Freeland, T. A. Moore, and J. A. C. Bland, *J. Magn. Magn. Mater.* **226-230** (2001) 1585.
- [54] C. M. Teodorescu, F. Chevrier, C. Richter, V. Ilakovic, O. Heckmann, L. Lechevalier, R. Brochier, R. L. Johnson, and K. Hricovini, *Appl. Surf. Sci.* **166** (2000) 137.
- [55] C. M. Teodorescu, F. Chevrier, R. Brochier, C. Richter, O. Heckmann, V. Ilakovic, P. De Padova, and K. Hricovini, *Surf. Sci.* **482** (2001) 1004.
- [56] C. M. Teodorescu, F. Chevrier, R. Brochier, C. Richter, V. Ilakovic, O. Heckmann, P. De Padova, and K. Hricovini, *Europ. Phys. J. B* **28** (2002) 305.
- [57] L. Ruppel, G. Witte, Ch. Wöll, T. Last, S. F. Fischer, and U. Kunze, *Phys. Rev. B* **66** (2002) 245307.
- [58] P. Schieffer, B. Lépine, and G. Jézéquel, *Surf. Sci.* **497** (2002) 341.
- [59] H. Ohno, K. Yoh, T. Doi, A. Subagyo, K. Sueoka, and K. Mukasa, *J. Vac. Sci. Technol. B* **19** (2001) 2280.
- [60] K. Yoh, H. Ohno, K. Sueoka, and M. E. Ramsteiner, *J. Vac. Sci. Technol. B* **22** (2004) 1432.
- [61] T. Toliński, K. Lenz, J. Lindner, E. Kosubek, K. Baberschke, D. Spoddig, and R. Meckenstock, *Solid State Commun.* **128** (2003) 385.

- [62] M. Knepe, M. Berse, and U. Köhler, *Appl. Phys. A* **79** (2004) 1935 sowie „unveröffentlicht“.
- [63] S. McPhail, C. M. Gürtler, F. Montaigne, Y. B. Xu, M. Tselepi, and J. A. C. Bland, *Phys. Rev. B* **67** (2003) 024409.
- [64] C. Kendrick, G. LeLay and A. Kahn, *Phys. Rev. B* **54** (1996) 17877.
- [65] EE2000 von M. F. Opheys, Softwareentwicklung für Wissenschaft und Industrie, Straelen.
- [66] U. von Hörsten, P: Programm zum Fitten von Datenfiles, Universität Duisburg-Essen.
- [67] M. Doi, B. Roldan Cuenya, W. Keune, T. Schmitte, A. Nefedov, H. Zabel, D. Spoddig, R. Meckenstock, and J. Pelzl, *J. Magn. Magn. Mater.* **240** (2002) 407.
- [68] B. Roldan Cuenya, M. Doi, W. Keune, S. Hoch, D. Reuter, A. Wieck, T. Schmitte, and H. Zabel, *Appl. Phys. Lett.* **82** (2003) 1072.
- [69] E. Schuster, W. Keune, F.-Y. Lo, D. Reuter, A. Wieck, and K. Westerholt, *Superlattices and Microstructures* **37** (2005) 313.
- [70] R. A. Brand, *Nucl. Instrum. Meth. B* **28** (1987) 398.
- [71] P. C. M. Gubbens, J. H. F. van Appeldoorn, A. M. van der Kraan, and K. H. J. Buschow, *J. Phys. F Met. Phys.* **4** (1974) 921.
- [72] R. Roldan Cuenya, W. Keune, Dongqi Li, and S. D. Bader, *Phys. Rev. B* **71** (2005) 064409.
- [73] F. Stromberg, S. Bedanta, C. Antoniak, W. Keune and H. Wende, *J. Phys: Condens. Matter* **20** (2008) 425205.
- [74] W. Sturhahn, *Hyperfine Interact.* **125** (2000) 149.
- [75] A. I. Chumakov, *Phys. Stat. Sol. (b)* **215** (1999) 165.
- [76] B. Roldan Cuenya, W. Keune, R. Peters, E. Schuster, B. Sahoo, U. von Hörsten, W. Sturhahn, J. Zhao, T. S. Toellner, E. E. Alp, and S. Bader, *Phys. Rev. B* **77** (2008) 165410.
- [77] W. Keune and W. Sturhahn, *Hyperfine Interaction* **123/124** (1999) 847.
- [78] R. Lübbbers, H. F. Grünsteudel, A. I. Chumakov, and G. Wortmann, *Science* **287** (2000) 1250.

- [79] M. N. Mihaila in: *Noise and Fluctuations Control in Electronic Devices*, edited by A. Balandin, American Scintific Publishers, **Ch. 18** (2002) 1-19
- [80] G. Schmidt, D. Ferrand, L. W. Molenkamp, A. T. Filip, and B. J. van Wees, *Phys. Rev. B* **62** (2000) R4790.
- [81] L. Sacharow, M. Morgenstern, G. Bihlmayer, and S. Blügel, *Phys. Rev. B* **69** (2004) 085317.
- [82] K. Yoh, H. Ohno, Y. Katano, K. Mukasa, and M. Ramsteiner, *J. Crystal Growth* **251** (2003) 337.
- [83] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, M. Tselepi, J. A. C. Bland, and S. Holmes, *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998) 399.
- [84] K. Cherifi, C. Dufour, M. Piecuch, A. Bruson, Ph. Bauer, G. Marchal, and Ph. Mangin, *J. Magn. Magn. Mater.* **93** (1991) 609.
- [85] F. Richomme, J. Teillet, A. Fnidiki, and W. Keune, *Phys. Rev. B* **64** (2001) 094415.
- [86] F. Richomme, J. Teillet, A. Fnidiki, P. Auric, and Ph. Hondy, *Phys. Rev. B* **54** (1996) 416.
- [87] R. Peters, W. Keune, E. Schuster, S. Kashiwada, M. Ferhat, and K. Yoh *Superlattices and Microstructures*, **41** (2007) 81.
- [88] B. Scholz, R. A. Brand, and W. Keune, *Phys. Rev. B* **50** (1994) 2537.
- [89] W. S. Kim, Dissertation, Fachbereich Physik, Universität-Gesamthochschule Duisburg, (1998)
- [90] W. S. Kim, W. Kleemann, R. A. Brand, and W. Keune, *J. Phys.: Condens. Matter* **11** (1999) 4317.
- [91] L. Esaki, *Phys. Rev.* **109** (1958) 603.
- [92] L. Esaki, *Nobel Lecture* „Long Journey Into Tunneling“ (1973) Dezember 12.
- [93] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, 4 verb. Auflage, R. Oldenbourg Verlag München Wien (1976) 428.
- [94] W. Zinth, U. Zinth, *Optik: Lichtstrahlen - Wellen - Photonen*, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, (2005); (oder siehe [wep1101.physik.uni-würzburg.de/optik/V07-polarisation.pdf](http://wep1101.physik.uni-würzburg.de/optik/V07-polarisation.pdf)).

- [95] G. A. Prinz, *Science* **250** (1990) 1092.
- [96] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnar, *Science* **294** (2001) 1488.
- [97] B. T. Jonker, A. T. Hanbicki, Y. D. Park, G. Itskos, M. Furis, G. Kioseoglou, A. Petrou, and X. Wei, *Appl. Phys. Lett.* **79** (2001) 3098.
- [98] I. Zutic, J. Fabian, and S. Das Sarma, *Rev. Mod. Phys.* **76** (2004) 323.
- [99] A. T. Hanbicki, O. M. J. van't Erve, R. Magno, G. Kioseoglou, C. H. Li, B. T. Jonker, G. Itskos, R. Mallory, M. Yasar, and A. Petrou, *Appl. Phys. Lett.* **82** (2003) 4092.
- [100] O. M. J. van't Erve, G. Kioseoglou, A. T. Hanbicki, C.H. Li, B. T. Jonker, R. Mallory, M. Yasar, and A. Petrou, *Appl. Phys. Lett.* **84** (2004) 4334.
- [101] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, D. J. Freeland, A. Ercole, M. Tselepi, and J. A. C. Bland, *Phys. Rev. B* **58** (1998) 890.
- [102] E. M. Kneedler, and B. T. Jonker, *J. Appl. Phys.* **81** (1997) 4463.
- [103] F. Bensch, G. Garreau, R. Moosbühler, G. Bayreuther, and E. Beaurepaire, *J. Appl. Phys.* **89** (2001) 7133.
- [104] M. Gester, C. Daboo, R. J. Hicken, S. J. Gray, A. Ercole, and J. A. C. Bland, *J. Appl. Phys.* **80** (1996) 347.
- [105] E. Kneedler, P. M. Thibado, B. T. Jonker, B. R. Bennett, B. V. Shanabrook, R. J. Wagner, and L. J. Whitman, *J. Vac. Sci. Techn. B* **14** (1996) 3193.
- [106] E. M. Kneedler, B. T. Jonker, P. M. Thibado, R. J. Wagner, B. V. Shanabrook, and L. J. Whitman, *Phys. Rev. B* **56** (1997) 8163.
- [107] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, D. J. Freeland, M. Tselepi, A. Ercole, and J. A. C. Bland, *J. Magn. Magn. Mat.* **198-199** (1999) 703.
- [108] S. J. Steinmüller, M. Tselepi, V. Strom, and J. A. C. Bland, *J. Appl. Phys.* **91** (2002) 8679.
- [109] S. J. Steinmüller, M. Tselepi, G. Wastlbauer, V. Strom, D. M. Gillingham, A. Ionescu, and J. A. C. Bland, *Phys. Rev. B* **70** (2004) 024420.
- [110] L. Giovanelli, G. Panaccione, G. Rossi, M. Fabrizioli, C.-S. Tian, P. L. Gastelois, J. Fujii, and C. H. Back, *Phys. Rev. B* **72** (2005) 045221.

- [111] Kh. Zakeri, Th. Kebe, J. Lindner, and M. Farle, *Phys. Rev. B* **73** (2006) 052405.
- [112] A. Schatz and W. Keune, *Surf. Sci.* **440** (1999) L841.
- [113] Ellen Schuster, Dissertation, Fachbereich Physik, Universität Duisburg-Essen, (2007).
- [114] D. L. Williamson, in: *Mössbauer isomer shifts*, edited by G. K. Shenoy and F. E. Wagner, North-Holland, Amsterdam, (1978) 317.
- [115] H. Spies, Diplomarbeit, Gerhard-Mercator University, Duisburg, Germany (2000).
- [116] J. L. Dormann, D. Fiorani, and E. Tronc, *Magnetic Relaxations in Fine-Particle Systems*, in Advances in Chemical Physics, vol XCVIII, edited by I. Prigogine and S. A. Rice, John Wiley and Sons, New York, (1997) 283.
- [117] S. Mørup, J.A. Dumesic, and H. Topsøe, in *Applications of Mössbauer Spectroscopy* Vol. II, edited by R. L. Cohen (Academic Press, New York, (1980).
- [118] F. C. Voogt, T. T. M. Palstra, L. Niesen, O. C. Rogoianu, M. A. James, and T. Hibma, *Phys. Rev. B* **57** (1998) R8107.
- [119] C. L. Chien, *J. Appl. Phys.* **69** (1991) 5267.
- [120] B. Roldan Cuenya, A. Naitabdi, E. Schuster, R. Peters, M. Doi, and W. Keune, *Phys. Rev. B* **79** (2007) 094403.
- [121] B. Sanyal, P. Biswas, T. Saha-Dasgupta, A. Mookerjee, A. Hunda, N. Choudhury, M. Ahmed, and A. Halder, *J. Phys.: Condens. Matter* **11** (1999) 1833.
- [122] E. Hering, R. Martin, M. Stohrer, *Physik für Ingenieure*, VDI-Verlag, Düsseldorf (1988).
- [123] V. F. Motsnyi, J. De Boeck, J. Das, W. Van Roy, G. Borghs, E. Goovaerts, and V. I. Safarov, *Appl. Phys. Lett.* **81** (2002) 265.
- [124] X. Jiang, R. Wang, R. M. Shelby, R.M. Macfarlane, S. R. Bank, J. S. Harris, and S. S. P. Parkin, *Phys. Rev. Lett.* **94** (2005) 056601.
- [125] H. Yi, H. C. Koo, W. Y. Kim, J. Chang, and S. H. Han, *J. Appl. Phys.* **97** (2005) 10D502.
- [126] M. Morgenstern, M. Getzlaff, D. Haude, R. Wiesendanger, and R. L. Johnson, *Phys. Rev. B* **61** (2000) 13805.

- [127] C. Adelmann, X. Lou, J. Strand, C. J. Palmstrøm, and P. A. Crowell, *Phys. Rev. B* **71** (2005) 121301(R).





## Danksagung

Das Gelingen dieser Arbeit wäre nicht möglich gewesen ohne die Unterstützung zahlreicher Personen, bei denen ich mich aufs herzlichste bedanken möchte.

Mein erster Dank gilt Herrn Prof. Dr. W. Keune für die sehr interessante Aufgabenstellung und die fortwährende Unterstützung. Seine vielen Anregungen und Hilfestellungen sowie die erstklassige Betreuung haben wesentlich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen.

Ein besonderer Dank gilt an dieser Stelle Herrn Prof. Ph.D. Kanji Yoh für die exzellente Kooperation und die mehrmalige Möglichkeit in seiner Arbeitsgruppe zu arbeiten. Ohne sein Engagement wären meine Aufenthalte in Japan undenkbar und mit Sicherheit nicht so angenehm gewesen.

Ein großer Dank gilt Herrn Prof. Dr. H. Wende für seine Hilfestellung beim Verfassen der Arbeit.

Auch gilt mein Dank PD Ph.D. R. A. Brand für seine Hilfe beim Anpassen von CEM-Spektren und seine stete Bereitschaft für Diskussionen jeglicher Art.

Herrn Ulrich von Hörsten danke ich für seine Unterstützung in sämtlichen technischen Fragen und vielen interessanten Diskussionen über Gott und die „zufällige“ Welt.

Mein Dank gilt darüber hinaus noch meinen Co-Doktoranden Ellen Schuster und Frank Stromberg für die vielen Unterhaltungen und Hilfe verschiedenster Art.

Bei den früheren Doktoranden Balaram Sahoo, Jürgen Voß, Marco Walterfang und Beatriz Roldán Cuenya möchte ich mich für das gemeinsame Arbeiten und die tolle Arbeitsatmosphäre bedanken.

Allen namentlich nicht erwähnten Mitarbeitern des Laboratoriums für Angewandte Physik bzw. der Experimentellen Physik möchte ich mich für die freundschaftliche Atmosphäre, die gute Zusammenarbeit und die Hilfsbereitschaft bedanken.

Bedanken möchte ich mich auch bei Alberto F. Basile, Saori Kashiwada, Marhoun Ferhat und den weiteren Mitarbeitern und Studenten des RCIQE der Hokkaido Universität in Sapporo (Japan) die mir nicht nur bei meiner Forschung sondern auch dem alltäglichen Leben in Japan geholfen haben. Mein Aufenthalt in Japan wird mir immer als eine tolle Erfahrung in Erinnerung bleiben.

Bei Quoc Thai Do und Erdal Akyildiz möchte ich mich für die wissenschaftliche und nichtwissenschaftliche Hilfe rund um die Uhr und für die super Zeit bedanken.

Ebenfalls möchte ich mich bei meinen übrigen Kommilitonen Thorsten Krencke, Thomas Kebe, Christoph Neuy, Andreas von Schönberg-P., Sergej Barabanov-Balogh und Barbara Klameth für die tolle Studienzeit und Hilfe jeglicher Art bedanken.

Meinen bisher noch nicht genannten Freunden danke ich auch für Ihre Unterstützung und das Verständnis in den verschiedensten Phasen während der letzten Jahre.

Diese Arbeit wurde durch die DFG im Rahmen des SFB491 und des GRK277 gefördert.

Schließlich möchte ich mich noch bei meinen Eltern, meinem Bruder und meiner Freundin Ines für die moralische Unterstützung und für die Opfer, die Ihnen bei der Durchführung dieser Arbeit abverlangt wurden, bedanken.